

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 427 514**

51 Int. Cl.:

G03G 9/12 (2006.01)

G03G 9/13 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.11.2006 E 06833292 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.07.2013 EP 1956438**

54 Título: **Revelador líquido**

30 Prioridad:

28.11.2005 JP 2005342470

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

30.10.2013

73 Titular/es:

**SAKATA INX CORPORATION (100.0%)
23-37, EDOBORI 1-CHOME NISHI-KU
OSAKA-SHI, OSAKA 550-0002, JP**

72 Inventor/es:

**YODO, TAKAAKI;
OKAMOTO, KATSUTOSHI;
SHIBATA, HIDEO y
IWASE, KOJI**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 427 514 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

Revelador líquido

5 **Campo de la técnica**

La presente invención se refiere a un método de producción de un revelador líquido para electrofotografía o registro electrostático usado en máquinas para imprimir, copiadoras, impresoras y faxes.

10 **Técnica anterior**

Como revelador líquido, en general, se usan reveladores líquidos en los que se dispersan partículas de resina coloreada (a las que también se hace referencia en lo sucesivo en el presente documento como partículas de tóner) que contienen un agente colorante tal como un pigmento en un medio aislante eléctrico. Los ejemplos de un método de producción de un revelador líquido de este tipo incluyen un método de coacervación. El método de coacervación es un método en el que un disolvente se retira de un líquido mixto de un disolvente en el que una resina se disuelve y un medio aislante eléctrico en el que una resina no se disuelve y, por lo tanto, la resina que está contenida en el líquido mixto en un estado disuelto se precipita con el fin de encapsular un agente colorante para formar partículas de resina coloreada, y las partículas de resina coloreada se dispersan en el medio aislante eléctrico.

20 Se considera que los reveladores líquidos obtenidos mediante un método de este tipo mejoran en cuanto a una propiedad electroforética debido a que la forma de la partícula de resina coloreada es casi esférica y el tamaño de partícula de las partículas de resina coloreada es uniforme.

25 No obstante, el método de coacervación tiene un problema de que las partículas de resina coloreada tienden a aglomerarse durante la precipitación de la resina y, por lo tanto, la estabilidad de dispersión y las propiedades ópticas del revelador que va a obtenerse son poco adecuadas debido a un aumento en el tamaño de partícula.

Por lo tanto, con el fin de solucionar el problema en el método de coacervación, se ha propuesto un método en el que las partículas de resina coloreada se dispersan de forma estable en el medio aislante eléctrico mediante la adsorción de uno de un compuesto de polímero que tiene un grupo ácido y un compuesto de polímero que tiene un grupo básico sobre la superficie del agente colorante, y encapsulando adicionalmente el agente colorante resultante adsorbiendo un compuesto de polímero en el otro compuesto de polímero, (por ejemplo, véase el Documento de Patente 1).

35 No obstante, el método que se ha mencionado anteriormente es, en sí mismo, una tecnología basada en un concepto bien conocido hasta la fecha de interacción ácido-base, en la que la dispersión se estabiliza mediante el tratamiento de la superficie del pigmento con un compuesto que tiene uno de un grupo ácido y un grupo básico para potenciar una afinidad por una resina que tiene el otro grupo. Además, los compuestos divulgados son meramente sustancias de uso común, tal como una resina acrílica, una resina de estireno-acrílica, y no pueden esperarse efectos de mejora de la dispersabilidad de partículas de resina coloreada finas. Además, existe un problema de que estos compuestos dan lugar a una reducción en una propiedad aislante o un deterioro en una característica de carga y una propiedad electroforética de las partículas de resina coloreada, y no puede obtenerse una buena calidad de imagen en términos de la idoneidad para el revelador líquido.

Documento de Patente 1: Publicación Kokai de Japón 2001-31900

45 De acuerdo con el documento WO 2006 / 118201 A1, un revelador líquido se obtiene mediante la dispersión de unas partículas de resina coloreada que encapsulan un pigmento en un disolvente orgánico de hidrocarburo aislante mediante un método de molienda en húmedo usando un agente de dispersión, donde el agente de dispersión es un compuesto de tipo carbodiimida que contiene cadena lateral de poliéster formado mediante la introducción de una cadena lateral de poliéster en una molécula de un compuesto de carbodiimida a través de una reacción con un grupo carbodiimida.

50 El documento EP 1 535 971 A1 se refiere a un pigmento tratado que puede producirse mediante el tratamiento con un compuesto a base de carbodiimida que tiene por lo menos una cadena lateral seleccionada del grupo que consiste en cadenas laterales de poliéster, cadenas laterales de poliéter y cadenas laterales poliacrílicas y por lo menos un grupo que contiene nitrógeno básico dentro de la molécula.

60 De acuerdo con el documento EP 1 484 366 A1, un pigmento tratado se produce mediante el tratamiento de por lo menos un pigmento seleccionado del grupo que consiste en pigmentos orgánicos y negro de carbono, teniendo cada uno un grupo funcional reactivo con un grupo carbodiimida con un compuesto de carbodiimida que tiene uno o más grupos carbodiimida, teniendo dicho compuesto de carbodiimida, dentro de la molécula del mismo, por lo menos una cadena lateral seleccionada del grupo que consiste en cadenas laterales de poliéster, cadenas laterales de poliéter y cadenas laterales poliacrílicas.

Divulgación de la presente invención

Aún es el caso que no se ha encontrado todavía un revelador líquido obtenido de este modo mediante el método de coacervación, que logre un equilibrio entre el mantenimiento de una propiedad electroforética o una característica de carga de las partículas de tóner y la dispersabilidad de las partículas de tóner a un alto nivel, tenga una buena propiedad aislante y pueda aplicarse a un agente colorante con cualquier color.

Por lo tanto, es un objeto la provisión de un revelador líquido en el que, en reveladores líquidos para electrofotografía o registro electrostático obtenidos usando el método de coacervación, la resistencia eléctrica del revelador líquido y la propiedad electroforética o la característica de carga de las partículas de tóner se mantengan, y la dispersabilidad de un pigmento y la estabilidad de dispersión de las partículas de tóner sean buenas.

Medios para solucionar el problema

La presente invención es define en las reivindicaciones. Usando el siguiente agente de dispersión específico y usando además una resina que tiene un grupo ácido con el fin de dispersar un pigmento, las partículas de resina coloreada pueden aplicarse a un revelador líquido sin depender particularmente de las especies de un pigmento, y el efecto adverso sobre la resistencia eléctrica del revelador líquido y la propiedad electroforética o la característica de carga de las partículas de resina coloreada como las partículas de tóner pueden minimizarse, y la dispersabilidad del pigmento y la estabilidad de dispersión de las partículas de tóner pueden mejorarse. Estos hallazgos han conducido en la actualidad a la compleción de la presente invención.

Un revelador líquido formado mediante la dispersión de unas partículas de resina coloreada producidas de acuerdo con la presente invención comprende por lo menos un pigmento, un agente de dispersión y una resina en un medio aislante de hidrocarburo usando el método de coacervación, donde el agente de dispersión es un compuesto de carbodiimida que tiene por lo menos un grupo que contiene nitrógeno básico y por lo menos una cadena lateral de poliéster introducida a través de una reacción con un grupo carbodiimida en su molécula, y la resina es una resina que contiene grupo ácido y el índice de acidez de la resina es de 1 a 100.

En el revelador líquido el agente de dispersión producido de acuerdo con la presente invención es un compuesto de carbodiimida que contiene un grupo que contiene nitrógeno básico en una cantidad de 0,02 a 4 mmol por 1 g del compuesto.

El grupo que contiene nitrógeno básico puede ser un grupo amino terciario.

El agente de dispersión puede ser un compuesto de carbodiimida con un peso equivalente de carbodiimida de 100 a 50000.

En el revelador líquido, la resina puede ser una resina que contiene grupo carboxilo.

El medio aislante de hidrocarburo puede ser una parafina de alto punto de ebullición que tiene un punto de ebullición de 150 °C o más alto.

La presente invención se refiere a un método de producción del revelador líquido que se ha mencionado anteriormente, que comprende la etapa de obtención de un líquido mixto que contiene por lo menos un pigmento, un agente de dispersión, una resina, un disolvente orgánico para disolver la resina y un medio aislante de hidrocarburo, y la etapa de eliminar por destilación el disolvente orgánico que está contenido en el líquido mixto, donde el agente de dispersión es un compuesto de carbodiimida que tiene por lo menos un grupo que contiene nitrógeno básico y por lo menos una cadena lateral de poliéster introducida a través de una reacción con un grupo carbodiimida en su molécula, y la resina es una resina que contiene grupo ácido y el índice de acidez de la resina es de 1 a 100.

En lo sucesivo en el presente documento, se describirá con detalle el revelador líquido.

Los ejemplos del pigmento que se usa en la presente invención incluyen pigmentos inorgánicos y pigmentos orgánicos, y los ejemplos específicos de los mismos incluyen pigmentos inorgánicos tales como negro de acetileno, grafito, óxido de hierro rojo, amarillo de cromo, azul ultramarino, negro de carbono; y pigmentos orgánicos tales como un pigmento azo, un pigmento de laca, un pigmento de ftalocianina, un pigmento de isoindolina, un pigmento de antraquinona, un pigmento de quinacridona.

El pigmento es, preferiblemente, un pigmento que tiene un sitio de adsorción en el grupo que contiene nitrógeno básico del compuesto de carbodiimida que se describe posteriormente, y habitualmente el sitio de adsorción es un grupo ácido y, preferiblemente, un grupo funcional capaz de reaccionar con el grupo que contiene nitrógeno básico, tal como un grupo carboxilo, un grupo ácido sulfónico. Además, incluso un pigmento que no tiene un sitio de adsorción en el grupo que contiene nitrógeno básico puede utilizarse mediante el tratamiento por un método de introducción de un grupo funcional tal como un tratamiento derivado o un tratamiento de sulfonación de la superficie de un pigmento para introducir el grupo carboxilo o el grupo ácido sulfónico.

El pigmento es, preferiblemente, un pigmento que además tiene un grupo funcional capaz de reaccionar con el grupo carbodiimida cuando un compuesto de carbodiimida que se describe posteriormente tiene el grupo carbodiimida. En el presente documento, como grupo funcional capaz de reaccionar con el grupo carbodiimida, es preferible por lo menos un grupo funcional seleccionado del grupo que consiste en un grupo carboxilo, un grupo hidroxilo, un grupo ácido fosfórico y un grupo amino. Además, incluso en el pigmento que no tiene el grupo funcional capaz de reaccionar con el grupo carbodiimida, el grupo funcional puede introducirse mediante un tratamiento superficial, y por ejemplo, el grupo funcional capaz de reaccionar con el grupo carbodiimida puede introducirse mediante un tratamiento por plasma o un tratamiento por oxígeno / luz ultravioleta que se describe en "Techniques and Evaluations of Pigment Dispersion Stabilization and Surface Treatment" (1ª edición, TECHNICAL

INFORMATION INSTITUTE CO., LTD., 25 de diciembre de 2001, págs. 76–85), o un proceso con plasma a baja temperatura que se describe en la Publicación Kokai de Japón Sho–58–217559 además del tratamiento derivado o el tratamiento de sulfonación.

5 En la presente invención, el contenido del pigmento no está particularmente limitado, no obstante, desde el punto de vista de una densidad de imagen, el contenido en pigmento es, preferiblemente, de un 2 a un 20 % en peso en el revelador líquido de forma definitiva.

10 A continuación, la resina que va a usarse en la presente invención es una resina que contiene grupo ácido y el índice de acidez de la resina es de 1 a 100. Como resina, es preferible una resina termoplástica que tiene una propiedad de fijación a un adherente tal como papel para impresión. Los ejemplos específicos de la resina incluyen resinas obtenidas mediante la introducción de un grupo ácido tal como un grupo carboxilo, un grupo ácido sulfónico o un grupo ácido fosfórico en resinas de olefina tal como un copolímero de etileno–ácido (met)acrílico, un copolímero de etileno–acetato de vinilo, un producto parcialmente saponificado de un copolímero de etileno–acetato de vinilo, un copolímero de etileno–(met)acrilato, una resina de polietileno y una resina de polipropileno; una resina de poliéster saturado termoplástico; resinas estirénicas tales como una resina de copolímero de estireno–acrílica y una resina de poliéster modificada con estireno–resina acrílica; una resina alquídica, una resina fenólica, una resina epoxídica, una resina fenólica modificada con colofonia, una resina maleica modificada con colofonia, una resina de ácido fumárico modificada con colofonia, resinas acrílicas tales como una resina de (met)acrilato, una resina de cloruro de vinilo, una resina de acetato de vinilo, una resina de cloruro de vinilideno, fluororresinas, resinas de poliamida, o una resina de poliactal mediante un método de uso de un compuesto de ácido carboxílico como un material de polimerización o un material de adición, mediante un tratamiento con peróxidos. Además, estas resinas pueden usarse de forma individual o en combinación de dos o más especies. Como la resina que se ha mencionado anteriormente, una resina que contiene grupo carboxilo es preferible. Además, como la resina que va a usarse en la presente invención, pueden usarse en combinación la resina que contiene grupo ácido y una resina que no contiene un grupo ácido.

25 Si el índice de acidez de la resina es menor que 1 o mayor que 100, esto no es preferible debido a que las partículas de pigmento, que se dispersan en virtud del agente de dispersión en un sistema en el que un buen disolvente se elimina por destilación y existe una gran cantidad de un mal disolvente, se vuelven difíciles de embeber en la resina y, por consiguiente, en el sistema se producen partículas que incluyen solo una resina. El índice de acidez de la resina es, preferiblemente, de 10 a 80.

30 Un peso molecular promedio en peso de la resina es, preferiblemente, de 5000 a 100000. Si el peso molecular promedio en peso es menor que 5000, esto no es preferible debido a que las partículas de pigmento, que se dispersan en virtud del agente de dispersión en un sistema en el que un buen disolvente se elimina por destilación y existe una gran cantidad de un mal disolvente, se vuelven difíciles de embeber en la resina y, por consiguiente, en el sistema se producen partículas que incluyen solo una resina. Además, si el peso molecular promedio en peso es mayor que 100000, esto no es preferible desde el punto de vista de la viscosidad en fundido de la resina. El valor del peso molecular promedio en peso puede obtenerse mediante el mismo método que el método de medición de un peso molecular promedio en número que se describe posteriormente.

40 A continuación, el agente de dispersión que va a usarse en la presente invención es el compuesto de carbodiimida que tiene por lo menos un grupo que contiene nitrógeno básico y por lo menos una cadena lateral de poliéster introducida a través de una reacción con un grupo carbodiimida en su molécula.

45 En la siguiente descripción, puede hacerse referencia a una cadena en un estado de estar ramificada a partir de una porción derivada de un compuesto de carbodiimida, que se forma haciendo que reaccione el grupo carbodiimida del compuesto de carbodiimida con un compuesto que tiene un grupo reactivo con el grupo carbodiimida, como una “cadena lateral”. En la presente invención, se hace referencia a la porción derivada de un compuesto de carbodiimida como una “cadena principal” y se hace referencia a todas las cadenas en un estado de estar ramificadas a partir de la cadena principal como una “cadena lateral” con independencia del tamaño de una estructura de cadena.

50 El compuesto de carbodiimida puede ser un compuesto en el que se ha hecho que todos los grupos carbodiimida reaccionen con otro grupo funcional con el fin de introducir una cadena lateral de poliéster o un grupo que contiene nitrógeno básico, o puede ser un compuesto que tiene grupos carbodiimida sin reaccionar, no obstante, es preferible el compuesto que tiene grupos carbodiimida sin reaccionar.

55 1) Material para sintetizar un compuesto de carbodiimida

60 En primer lugar, se describirán un compuesto de carbodiimida que es un material de partida, un compuesto para introducir una cadena lateral de poliéster y un compuesto para introducir un grupo que contiene nitrógeno básico como materiales constituyentes esenciales del compuesto de carbodiimida.

1–1) Compuesto de carbodiimida

65 El compuesto de carbodiimida que se usa como un material de partida con el fin de obtener el compuesto de carbodiimida tiene por lo menos un grupo carbodiimida, a saber, un grupo que se expresa mediante la fórmula $\text{N}=\text{C}=\text{N}$ – en una molécula, y un compuesto de carbodiimida de este tipo se describirá con más detalle mediante la

ejemplificación de las formas preferidas de los siguientes párrafos (a) a (d). El compuesto de carbodiimida se selecciona de forma apropiada de acuerdo con la forma del compuesto que va a usarse.

5 (a) Compuesto de carbodiimida que tiene un grupo isocianato, que se obtiene mediante una reacción de descarboxilación de un compuesto de diisocianato

10 El compuesto de carbodiimida puede producirse, en general, mediante la conversión del compuesto de isocianato en carbodiimida mediante una reacción de descarboxilación en presencia de un catalizador de carbodiimidación en un disolvente orgánico, y adicionalmente un compuesto de carbodiimida que tiene grupos isocianatos en ambos extremos de una molécula se obtiene cuando su material es un compuesto de diisocianato.

15 En el método de producción que se ha mencionado anteriormente, los ejemplos del compuesto de diisocianato, que se somete a la reacción de descarboxilación, incluyen compuestos de diisocianato alifático, alicíclico, aromático o aralifático tales como diisocianato de hexametileno, diisocianato de isofoforona, diisocianato de trileno, diisocianato de difenilmetano, diisocianato de ciclohexano, diisocianato de dicitlohexilmetano, diisocianato de xilileno, diisocianato de tetrametileno y diisocianato de tetrametilxilileno.

20 Como el disolvente orgánico que se ha mencionado anteriormente, se usa preferiblemente un disolvente que tiene un alto punto de ebullición y que no tiene hidrógeno activo que reaccione con un compuesto de isocianato y un compuesto de carbodiimida producido, y los ejemplos de los disolventes incluyen hidrocarburos aromáticos tales como tolueno, xileno y dietilbenceno; ésteres de glicol éter tales como diacetato de dietilenglicol, dibutilato de dipropilenglicol, diacetato de hexilenglicol, diacetato de glicol, acetato de metilglicol, acetato de etilglicol, acetato de butilglicol, acetato de etilidiglicol y acetato de butildiglicol; cetonas tales como etilbutil-cetona, acetofenona, propiofenona, diisobutil-cetona y ciclohexanona; y ésteres de ácidos grasos tales como acetato de amilo, propionato de propilo y butirato de etilo.

30 Como el catalizador de carbodiimidación que se ha mencionado anteriormente, se usan preferiblemente fosfolenos o óxidos de fosfoleno, y los ejemplos de los mismos incluyen óxido de 1-etil-3-metil-3-fosfoleno, óxido de 1-fenil-3-metil-3-fosfoleno y óxido de 1-fenil-3-metil-2-fosfoleno.

35 Como método de realización de una reacción de descarboxilación de un grupo isocianato usando estos materiales, pueden emplearse métodos conocidos, por ejemplo, un método de realización de la reacción a una temperatura de reacción de 100 a 200 °C en una atmósfera de nitrógeno. Por cierto, los ejemplos de otros métodos de obtención del compuesto que tiene un grupo carbodiimida incluyen los métodos de la Patente de los Estados Unidos con N° 2941956, la Publicación Kokoku de Japón con N° Sho-47-33279, la Publicación Kokai de Japón con N° Hei-5-178954, y la Publicación Kokai de Japón con N° Hei-6-56950.

40 Con respecto a un compuesto de carbodiimida que tiene un grupo isocianato, que se obtiene usando tales métodos de producción, por ejemplo, un compuesto que se obtiene mediante la descarboxilación de K moles (K es un entero de 2 o más) de un compuesto de diisocianato se expresa mediante la siguiente fórmula (1):



45 donde A representa un residuo que es el resto después de la eliminación de un grupo isocianato a partir del compuesto de diisocianato que se usa para la síntesis de un compuesto de carbodiimida que tiene un grupo isocianato.

50 Los ejemplos de productos comercialmente disponibles de un compuesto de carbodiimida que tiene un grupo isocianato, que se expresa mediante la fórmula (1), incluyen CARBODILITE V-03 y CARBODILITE V-05 (ambos son nombres comerciales, fabricados por NISSHINBO INDUSTRIES, INC.) como un compuesto de carbodiimida fabricado a partir de un material en bruto de diisocianato de tetrametilxilileno.

55 (b) Compuesto de carbodiimida obtenido mediante la extensión de cadena adicional del compuesto de carbodiimida que se describe en el punto (a) que se ha mencionado anteriormente con un agente de extensión de cadena

60 El compuesto de carbodiimida se forma mediante el aumento de un peso molecular del compuesto de carbodiimida del punto (a) que se ha mencionado anteriormente usando un agente de extensión de cadena capaz de reaccionar con un grupo isocianato y este puede convertirse en un compuesto que contiene más grupos carbodiimida en una molécula. Como el agente de extensión de cadena que puede usarse en el presente caso, es preferible un compuesto que tiene baja reactividad con un grupo carbodiimida y que reacciona de forma selectiva con un grupo isocianato en primer lugar, y los ejemplos del compuesto incluyen compuestos de diol tales como 2,4-dietil-1,5-pentanodiol y similares, compuestos de diamina e hidracina.

65 (c) Compuesto obtenido mediante la descarboxilación de 2 moles de un compuesto de monoisocianato y Q moles (a condición de que $Q \geq 1$) de un compuesto de diisocianato

Cada uno de los compuestos de carbodiimida en los puntos (a) y (b) que se han mencionado anteriormente es un compuesto que tiene grupos isocianatos en ambos extremos de una molécula, y tienen las ventajas de que varias cadenas moleculares pueden añadirse mediante el uso del grupo isocianato, no obstante, estos tienen un problema de que, cuando un material que va a hacerse reaccionar con el grupo carbodiimida también reacciona con el grupo isocianato, es difícil introducir este material como una cadena lateral. Por otro lado, en el compuesto de carbodiimida en el que las reacciones de ambos extremos de una molécula se terminan con un compuesto de monoisocianato, el problema que se ha mencionado anteriormente no se produce. Un compuesto de carbodiimida de este tipo, en el que las reacciones de ambos extremos de una molécula se terminan con un compuesto de monoisocianato, puede expresarse mediante la siguiente fórmula (2):



donde B representa un residuo que es el resto después de la eliminación de un grupo isocianato a partir del compuesto de monoisocianato que se usa para la síntesis de un compuesto de carbodiimida que tiene un grupo isocianato. A es tal como se ha descrito anteriormente.

Los ejemplos del compuesto de diisocianato que pueden usarse en el presente caso incluyen los mismos compuestos que los de los materiales sintéticos en el punto (a) que se ha mencionado anteriormente. Los ejemplos del compuesto de monoisocianato incluyen compuestos de monoisocianato alifático, alicíclico, aromático o aralifático tales como isocianato de metilo, isocianato de etilo, isocianato de propilo, isocianato de butilo, isocianato de octadecilo e isocianato de fenilo.

(d) Compuesto obtenido mediante la descarboxilación de 1 mol de un compuesto de monoisocianato y R moles (a condición de que $R \geq 1$) de un compuesto de diisocianato

Como compuesto intermedio entre un compuesto de carbodiimida que tiene grupos isocianatos en ambos extremos de una molécula y un compuesto de carbodiimida que no tiene un grupo isocianato en ambos extremos de una molécula, también puede obtenerse un compuesto de carbodiimida, en el que una reacción de solo un extremo se termina con un compuesto de monoisocianato y un grupo isocianato se sitúa en el otro extremo. Un compuesto de carbodiimida de este tipo, en el que una reacción de un extremo de una molécula se termina con un compuesto de monoisocianato, puede expresarse mediante la siguiente fórmula (3):



donde B representa un residuo que es el resto después de la eliminación de un grupo isocianato a partir del compuesto de monoisocianato que se usa para la síntesis de un compuesto de carbodiimida que tiene un grupo isocianato. A es tal como se ha descrito anteriormente.

Los ejemplos del compuesto de diisocianato que pueden usarse en el presente caso incluyen los mismos compuestos que los de los materiales sintéticos en el punto (a) que se ha mencionado anteriormente, y los ejemplos del compuesto de monoisocianato incluyen los mismos compuestos que los de los materiales sintéticos en el punto (c) que se ha mencionado anteriormente.

Los compuestos de carbodiimida en los puntos (a) a (d) que se han mencionado anteriormente pueden usarse de forma individual o en combinación de dos o más especies como un material de partida del compuesto de carbodiimida.

1-2) Compuesto para introducir una cadena lateral de poliéster

A continuación, se describirá un compuesto que se usa para introducir una cadena lateral de poliéster en el compuesto de carbodiimida. El compuesto de carbodiimida se caracteriza usando un método de introducción de una cadena lateral mediante la reacción del grupo carbodiimida con un grupo funcional reactivo con el grupo carbodiimida y caracterizado por que esta cadena lateral es una cadena lateral de poliéster. Por lo tanto, como el compuesto introducido como una cadena lateral, pueden usarse compuestos de poliéster que tienen un grupo funcional reactivo con el grupo carbodiimida y una cadena de poliéster.

Los ejemplos del grupo funcional reactivo con el grupo carbodiimida incluyen un grupo carboxilo, un grupo ácido sulfónico, un grupo ácido fosfórico, un grupo hidroxilo y un grupo amino, y este grupo funcional es, preferiblemente, un grupo ácido tal como un grupo carboxilo, un grupo ácido sulfónico o un grupo ácido fosfórico.

En primer lugar, los ejemplos del compuesto de poliéster incluyen (1) compuestos de polimerización de apertura de anillo de un compuesto de éster cíclico usando ácido oxicarboxílico, monoalcohol o un compuesto de diol de bajo peso molecular como un iniciador (por ejemplo, compuestos de poliéster que contienen un grupo carboxilo y un grupo hidroxilo, que se obtienen por polimerización mediante compuestos de éster cíclicos de apertura de anillo tales como ϵ -caprolactona, γ -butirolactona, 2-metilcaprolactona, 4-metilcaprolactona, β -propiolactona, δ -valerolactona y β -metil- δ -valerolactona, usando un ácido monooxicarboxílico o un ácido polioxicarboxílico tal como ácido láctico, ácido caproico, ácido 12-hidroxiesteárico, ácido dimetilolpropionico o ácido dimetilolbutanoico como un iniciador; compuestos de poliéster monoool que contienen un grupo hidroxilo, que se obtienen por polimerización mediante

apertura de anillo de los compuestos de éster cíclicos que se han mencionado anteriormente, usando un compuesto de monool de bajo peso molecular tal como metanol o etanol como un iniciador; y compuestos de poliéster diol que contienen un grupo hidroxilo, que se obtienen por polimerización mediante apertura de anillo de los compuestos de éster cíclicos anteriores, usando un compuesto de diol de bajo peso molecular tal como etilenglicol o propilenglicol como un iniciador).

Los ejemplos del compuesto de poliéster incluyen (2) auto-policondensados de ácido hidroxicarboxílico (por ejemplo, compuestos de poliéster que contienen un grupo carboxilo y un grupo hidroxilo, que se obtienen mediante la policondensación de ácidos monooxicarboxílicos tales como ácido láctico, ácido caproico y ácido 12-hidroxiesteárico).

Otros ejemplos del compuesto de poliéster incluyen (3) compuestos obtenidos mediante la policondensación de un compuesto de diol de bajo peso molecular y un compuesto de ácido dicarboxílico de bajo peso molecular (por ejemplo, compuestos de poliéster diol que contienen un grupo hidroxilo, que se obtienen haciendo que reaccione un componente de compuesto de diol de bajo peso molecular tal como glicoles de cadena recta como etilenglicol, 1,3-propanodiol, 1,4-butanodiol o 1,6-hexanodiol; o glicoles ramificados como 1,2-propanodiol, neopentilglicol, 3-metil-1,5-pentanodiol o etilbutilpropanodiol con un componente de compuesto de ácido dicarboxílico de bajo peso molecular tal como ácidos dicarboxílicos alifáticos saturados o insaturados como ácido succínico, ácido adípico, ácido acelaico, ácido sebácico o ácido maleico; o ácidos dicarboxílicos aromáticos como ácido ftálico en presencia de un compuesto de diol de peso molecular excesivamente bajo).

Además, los ejemplos del compuesto de poliéster incluyen (4) compuestos de fosfato de un polímero de apertura de anillo de un compuesto de éster cíclico usando monoalcohol como un iniciador (por ejemplo, compuestos de poliéster diol que contienen un grupo ácido fosfórico, que se obtienen mediante la esterificación de los compuestos de poliéster monool con ácido fosfórico), y (5) compuestos de polimerización de apertura de anillo de un compuesto de éster cíclico usando un compuesto de ácido sulfónico que contiene un grupo amino como un iniciador (por ejemplo, compuestos de poliéster diol que contienen ácido sulfónico, que se obtienen mediante polimerización de apertura de anillo de los compuestos de éster cíclicos, usando un compuesto de ácido sulfónico que contiene grupo amino tal como taurina como un iniciador).

Además ejemplos del compuesto de poliéster incluyen (6) producto de adición de dióxido de azufre de un polímero de apertura de anillo de un compuesto de éster cíclico usando monoalcohol como un iniciador (por ejemplo, compuestos de poliéster diol que contienen ácido sulfónico, que se obtienen mediante la adición de gas dióxido de azufre a los compuestos de poliéster monool).

Como el compuesto de poliéster, es preferible un compuesto de poliéster que tiene un auto-policondensado de ácido hidroxicarboxílico, y es más preferible un compuesto de poliéster que tiene ácido 12-hidroxiesteárico.

Además, el compuesto de carbodiimida es, preferiblemente, uno en el que un peso molecular promedio en número de la cadena lateral de poliéster es de 200 a 10000. El peso molecular promedio en número se proporciona basándose en un método de cromatografía de permeación en gel (GPC) <base equivalente a poliestireno>, y Water 2690 (fabricado por Nihon Waters K. K.) se usa como aparato de medición y PLgel 5μ MIXED-D (fabricado por Polymer Laboratories) se usa como columna.

1-3) Material para introducir un grupo que contiene nitrógeno básico

El compuesto de carbodiimida tiene además un grupo que contiene nitrógeno básico. El "grupo que contiene nitrógeno básico" incluye un grupo que contiene nitrógeno para actuar como una base de Lewis así como un grupo que contiene nitrógeno para formar un ión amonio cuaternario en agua, y un grupo típico del mismo es un grupo amino y un grupo heterocíclico que contiene nitrógeno básico. Los ejemplos del grupo amino incluyen un grupo amino terciario. Como grupo que contiene nitrógeno básico, se prefiere el grupo amino terciario.

Los ejemplos de un método de obtención de un compuesto de carbodiimida de este tipo que tiene un grupo que contiene nitrógeno básico incluyen un método de hacer que reaccione un compuesto que tiene un grupo funcional capaz de reaccionar con el grupo carbodiimida y un grupo que contiene nitrógeno básico con el grupo carbodiimida para introducir el grupo que contiene nitrógeno básico en la cadena lateral; y un método de hacer que reaccione un compuesto que tiene un grupo funcional capaz de reaccionar con el grupo isocianato y un grupo que contiene nitrógeno básico con el grupo isocianato para introducir el grupo que contiene nitrógeno básico en la cadena principal en el caso en el que el compuesto de carbodiimida tiene un grupo isocianato.

Los ejemplos del grupo funcional reactivo con el grupo carbodiimida incluyen los grupos funcionales que se han descrito anteriormente para el compuesto de poliéster, y los ejemplos del grupo funcional reactivo con el grupo isocianato incluyen un grupo hidroxilo y un grupo amino.

El método de introducción del grupo que contiene nitrógeno básico en la cadena principal del compuesto de carbodiimida mediante el uso de la reacción con el grupo isocianato es uno de los métodos adecuados. Cuando el grupo que contiene nitrógeno básico se introduce en el compuesto de carbodiimida, es preferible usar un compuesto que tiene un grupo hidroxilo que es adecuado como un grupo funcional capaz de reaccionar de forma selectiva con el grupo isocianato, y un grupo amino terciario o un grupo heterocíclico que contiene nitrógeno básico que no atañe a la reacción con el grupo carbodiimida o el grupo isocianato.

Los ejemplos específicos de compuestos que tienen un grupo hidroxilo y un grupo amino terciario incluyen

compuestos de N,N-dialquilalcanolamina tales como N,N-dimetiletanolamina y N,N-dietiletanolamina; productos de adición de óxido de etileno de compuestos de amina secundaria; y productos de reacción de a compuesto de amina secundaria y un compuesto epoxídico.

5 Los ejemplos de compuestos que tienen dos grupos hidroxilo y un grupo amino terciario incluyen compuestos de N-alquildialcanolamina tales como N-metildietanolamina y N-etildietanolamina; productos de adición de óxido de etileno de compuestos de amina primaria; y productos de reacción de un compuesto de amina primaria y un compuesto epoxídico.

10 Además, los ejemplos del compuesto que tiene un grupo hidroxilo y un grupo heterocíclico que contiene nitrógeno básico incluyen compuestos que tienen un heterociclo que contiene nitrógeno básico terciario, como piridina, piracina, triacina o quinolina, y un grupo hidroxilo, más específicamente, hidroxipiridina, piridinametanol y piridinaetanol. Incluso un compuesto heterocíclico que contiene nitrógeno básico secundario tal como piperidina o piperacina puede usarse mediante la alquilación y la conversión del compuesto en un compuesto terciario para contener un grupo hidroxilo.

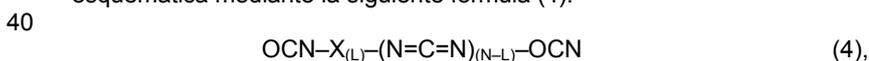
15 El grupo que contiene nitrógeno básico puede introducirse en el extremo de la cadena principal haciendo que reaccionen 2 moles de un compuesto que tiene un grupo hidroxilo con 1 mol del compuesto de carbodiimida que se expresa mediante la fórmula (1), o el grupo que contiene nitrógeno básico puede introducirse en la cadena principal haciendo que reaccione un compuesto que tiene dos grupos hidroxilo con el compuesto de carbodiimida que se expresa mediante la fórmula (1) en una cantidad tal que el grupo isocianato se encuentra en exceso con respecto al
20 grupo hidroxilo. Un compuesto de este tipo, en el que el grupo que contiene nitrógeno básico se introduce en la cadena principal del mismo, es un compuesto más preferible.

25 Además, en las reacciones que se han descrito anteriormente, es decir, la reacción de apertura de anillo de un compuesto de éster cíclico usando el compuesto que contiene grupo hidroxilo como un iniciador, la reacción de policondensación de ácido oxicarboxílico, la reacción de policondensación entre un compuesto de diol de bajo peso molecular y un compuesto de ácido dicarboxílico de bajo peso molecular, la reacción entre el grupo carbodiimida y un grupo carboxilo, un grupo ácido sulfónico, un grupo ácido fosfórico, un grupo hidroxilo, un grupo amino, y además la reacción entre el grupo isocianato y un grupo hidroxilo, puede usarse un grupo amino.

30 2) Estructura molecular y efecto del compuesto de carbodiimida

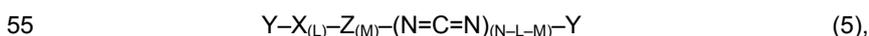
El compuesto de carbodiimida se obtiene a partir de los materiales que se han mencionado anteriormente, y el material que va a introducirse como la cadena lateral de poliéster se introduce en el compuesto de carbodiimida como un material de partida a través de la reacción con el grupo carbodiimida, y el material para introducir el grupo
35 que contiene nitrógeno básico se introduce a través de la reacción con el grupo carbodiimida o el grupo isocianato.

Por ejemplo, cuando un compuesto que tiene una estructura de la fórmula (1) se usa como un compuesto de carbodiimida, un material de partida, un compuesto de carbodiimida de este tipo puede expresarse de forma esquemática mediante la siguiente fórmula (4):



45 donde X indica de forma independiente una unidad constituyente que contiene una cadena lateral de poliéster unida a través de un grupo de unión formado mediante la reacción del grupo carbodiimida con el grupo funcional reactivo con el mismo, L indica el número de las unidades constituyentes X en una molécula y un entero de uno o más, N indica el número de grupos carbodiimida en el compuesto de carbodiimida como un material de partida y un entero de uno o más, y (N - L) indica un entero de 0 o más. A se omite en esta fórmula.

50 Además, en lo que concierne a la introducción del grupo que contiene nitrógeno básico, puede emplearse un método de introducción del grupo que contiene nitrógeno básico a través de una reacción con o bien el grupo carbodiimida o bien el grupo isocianato. Por ejemplo, cuando un compuesto que tiene una estructura de la fórmula (1) se usa como un compuesto de carbodiimida de un material de partida, un compuesto de carbodiimida de este tipo puede expresarse de forma esquemática mediante la siguiente fórmula (5):



60 donde X, L y N pueden definirse respectivamente tal como se ha descrito anteriormente, Y indica de forma independiente un grupo isocianato sin reaccionar o una unidad constituyente que contiene un grupo que contiene nitrógeno básico unido a través de un grupo de unión formado mediante la reacción de un grupo isocianato con un grupo funcional reactivo con el mismo, Z indica de forma independiente una unidad constituyente que contiene un grupo que contiene nitrógeno básico unido a través de un grupo de unión formado mediante la reacción de un grupo carbodiimida y un grupo funcional reactivo con el mismo, M indica el número de las unidades constituyentes Z en la molécula y es un entero de 0 o más, y (N - L - M) también indica un entero de 0 o más. A se omite en esta fórmula.

65 Las fórmulas (4) y (5) muestran de forma simbólica solo porciones principales, y a pesar de que las estructuras en las que se continúan respectivamente las unidades constituyentes de X y Z se muestran como una estructura típica,

también están incluidas estructuras en las que X, Z, y $-(N=C=N)-$ están unidos de forma aleatoria.

Además, cuando M es un entero de uno o más, a saber, existe por lo menos un grupo que contiene nitrógeno básico en la fórmula (5), la porción de Y en la fórmula (5) es diferente de un grupo que contiene nitrógeno básico y puede ser una unidad constituyente unida a través de un grupo de unión mediante una reacción similar de un compuesto reactivo con el grupo isocianato. El compuesto que tiene un grupo funcional reactivo con el grupo isocianato es, preferiblemente, un compuesto que presenta una baja reactividad con el grupo carbodiimida y reacciona de forma selectiva con el grupo isocianato antes que el grupo carbodiimida, y los ejemplos de los compuestos incluyen compuestos de monoalcohol de bajo peso molecular tales como metanol, etanol.

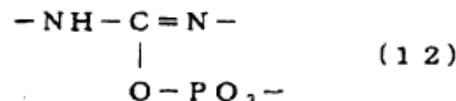
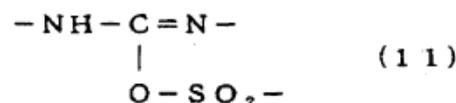
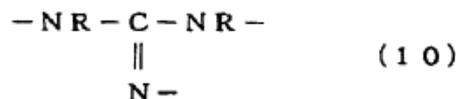
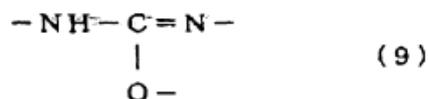
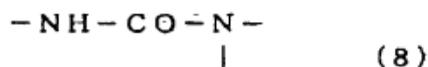
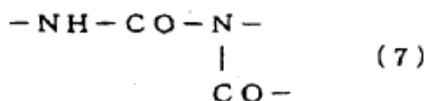
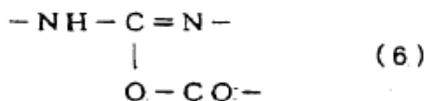
El grupo de unión formado en el momento de la introducción de la cadena lateral que se ha mencionado anteriormente mediante la reacción del grupo funcional reactivo con el grupo carbodiimida se forma, en general, mediante la reacción del grupo carbodiimida con un grupo carboxilo, un grupo ácido sulfónico, un grupo ácido fosfórico, un grupo hidroxilo, un grupo amino, y tiene la siguiente estructura.

Por ejemplo, el grupo de unión formado mediante la reacción del grupo carbodiimida y el grupo carboxilo se expresa mediante la siguiente fórmula (6) o (7), el grupo de unión formado mediante la reacción del grupo carbodiimida y el grupo hidroxilo se expresa mediante la siguiente fórmula (8) o (9), el grupo de unión formado mediante la reacción del grupo carbodiimida y el grupo amino se expresa mediante la siguiente fórmula (10), el grupo de unión formado mediante la reacción del grupo carbodiimida y el grupo ácido sulfónico se expresa mediante la siguiente fórmula (11), y el grupo de unión formado mediante la reacción del grupo carbodiimida y el grupo ácido fosfórico se expresa mediante la siguiente fórmula (12).

Además, el grupo de unión formado mediante la reacción del grupo isocianato con el grupo funcional reactivo se forma, en general, mediante la reacción del grupo isocianato con el grupo hidroxilo, el grupo amino primario, el grupo amino secundario.

Por ejemplo, el grupo de unión formado mediante la reacción del grupo isocianato y el grupo hidroxilo se expresa mediante la siguiente fórmula (13) y el grupo de unión formado mediante la reacción del grupo isocianato con el grupo amino primario o secundario se expresa mediante la siguiente fórmula (14).

(Quím. 1)



En las fórmulas que se han mencionado anteriormente, R indica un átomo de hidrógeno o un grupo hidrocarburo que tiene uno o más átomos de carbono.

- 5 Tal como se ha descrito anteriormente, el compuesto de carbodiimida es un compuesto que tiene una unidad constituyente que se indica como X en la fórmula (4) y formado mediante la introducción de por lo menos una cadena lateral de poliéster en la porción de grupo carbodiimida del compuesto de carbodiimida que se expresa mediante, por ejemplo, la fórmula (1), que es un material de partida, a través del grupo de unión que se expresa mediante una cualquiera de las fórmulas (6) a (12). Además, es preferible que, mediante la introducción de un grupo
10 que contiene nitrógeno básico u otras cadenas laterales funcionales de forma similar, el compuesto de carbodiimida sea un compuesto que tiene una unidad constituyente que se indica como Z en la fórmula (5), un compuesto formado mediante la introducción de un grupo que contiene nitrógeno básico, una cadena lateral funcional en ambos extremos o un extremo de la molécula a través de un grupo de unión que se expresa mediante la fórmula (13) o (14), y un compuesto que tiene un grupo carbodiimida que queda en la molécula.

- 15 El compuesto de carbodiimida tiene una excelente dispersabilidad de las partículas de tóner al tener una cadena lateral de poliéster y un grupo que contiene nitrógeno básico, y cuando este se usa para el revelador líquido, es posible lograr un equilibrio entre el mantenimiento de una propiedad aislante o una característica de carga y la dispersabilidad del pigmento o las partículas de tóner.

- 20 3) Método para producir un compuesto de carbodiimida

- 25 Cuando el compuesto de carbodiimida se produce usando los materiales que se han mencionado anteriormente, para todas las reacciones, a saber la reacción entre el grupo carbodiimida y el grupo carboxilo, y la reacción entre el grupo isocianato y el grupo hidroxilo como una reacción para introducir la cadena lateral, pueden emplearse métodos normales. Además, el orden de la introducción de la cadena lateral de poliéster, el grupo que contiene nitrógeno básico no está particularmente limitado y, por ejemplo, cuando se usan dos o más especies de

compuestos que tienen el grupo funcional reactivo con el grupo carbodiimida, estos compuestos pueden añadirse por separado o pueden añadirse de forma simultánea para hacerse reaccionar, y también cuando se usan dos o más especies de compuestos que tienen el grupo funcional reactivo con el grupo isocianato, estos compuestos pueden añadirse por separado o pueden añadirse de forma simultánea para hacerse reaccionar. Por ejemplo, cuando un agente de dispersión se produce usando tres componentes de (1) un compuesto de carbodiimida, (2) un compuesto que tiene (a) un grupo funcional reactivo con el grupo carbodiimida, y (b) un grupo funcional capaz de unirse con la cadena lateral de poliéster, y (3) un compuesto para formar la cadena lateral de poliéster y que tiene un grupo funcional reactivo con el grupo funcional que se describe en el punto (2) (b) que se ha mencionado anteriormente, la cadena lateral de poliéster en el agente de dispersión resultante es "una cadena lateral de poliéster introducida a través de una reacción con el grupo carbodiimida" ya se haga que los compuestos (1) y (2) reaccionen previamente y el producto resultante se haga reaccionar con el compuesto (3), o ya se haga que los compuestos (2) y (3) reaccionen previamente y el producto resultante se haga reaccionar con el compuesto (1). Además, cuando se usan un compuesto que tiene el grupo funcional reactivo con el grupo carbodiimida y un compuesto que tiene el grupo funcional reactivo con el grupo isocianato, los compuestos pueden hacerse reaccionar con el grupo carbodiimida en primer lugar, o pueden hacerse reaccionar con el grupo isocianato en primer lugar si los mismos compuestos se obtienen por último.

Además, es preferible que las especies y las relaciones de la cadena lateral de poliéster y el grupo que contiene nitrógeno básico, que se introducen en una molécula, y además el número de grupos carbodiimida restantes, se establezcan de forma apropiada de acuerdo con las especies de un pigmento o un medio de dispersión, por ejemplo, en el caso de usarse como un revelador líquido y de requerirse rendimiento en otros campos de aplicación para mezclar los materiales respectivos de tal modo que el compuesto de carbodiimida finalmente se vuelva un compuesto que tiene un rendimiento bien equilibrado.

El compuesto de carbodiimida que tiene la cadena lateral de poliéster y el grupo que contiene nitrógeno básico en su molécula, que se obtiene haciendo que reaccionen los materiales que se han descrito anteriormente, preferiblemente contiene el grupo que contiene nitrógeno básico en una cantidad de 0,02 a 4 mmol, y más preferiblemente en una cantidad de 0,05 a 3 mmol por 1 g del compuesto de carbodiimida. Cuando la cantidad del grupo que contiene nitrógeno básico por 1 g del compuesto de carbodiimida se encuentra dentro del intervalo que se ha mencionado anteriormente, se obtiene una buena estabilidad de dispersión.

Un peso molecular promedio en número del compuesto de carbodiimida obtenido a partir de los materiales y los métodos de producción que se han descrito anteriormente es, preferiblemente, de 1000 o más, y de 100000 o menos. Cuando el peso molecular promedio en número es demasiado grande, no puede obtenerse un revelador líquido que tiene una viscosidad adecuada al hacer el revelador líquido a partir del compuesto de carbodiimida y este es desfavorable, en particular, cuando se necesita un revelador líquido de alta concentración. Por otro lado, cuando el peso molecular promedio en número es demasiado pequeño, la estabilidad de dispersión de un pigmento en el revelador líquido puede deteriorarse y esto no se prefiere. El peso molecular promedio en número es más preferiblemente de 1000 o más, y de 50000 o menos.

Es necesario que un enlace covalente adecuado y una fuerza de adsorción adecuada actúen en el agente de dispersión de tal modo que el agente de dispersión no deje la superficie del pigmento o las partículas de tóner con el tiempo y, por lo tanto, es preferible ajustar el peso equivalente de carbodiimida y la cantidad del grupo que contiene nitrógeno básico dependiendo de los pigmentos o resinas que componen las partículas de tóner que van a usarse. Además, es preferible que la cadena lateral de poliéster sea en sí misma soluble en un disolvente orgánico de hidrocarburo aislante en términos de mantener una mejor estabilidad de dispersión del pigmento y las partículas de tóner.

El compuesto de carbodiimida es, preferiblemente, un compuesto con un peso equivalente de carbodiimida de 100 a 50000. En el presente documento, la expresión peso equivalente de carbodiimida hace referencia a un número que se expresa mediante $(\text{un peso molecular promedio en número de un compuesto de carbodiimida}) / (\text{un número de grupos carbodiimida en una molécula de compuesto de carbodiimida})$. Cuando el peso equivalente de carbodiimida del compuesto de carbodiimida es demasiado alto, disminuye la relación en peso de la cadena lateral de poliéster con respecto a la totalidad de la molécula del compuesto de carbodiimida, y la estabilidad de dispersión del pigmento puede deteriorarse. Por otro lado, un compuesto con un valor de peso equivalente de carbodiimida pequeño es favorable ya que la relación en peso de la cadena lateral de poliéster o una cadena lateral que tiene cada funcionalidad con respecto a la totalidad de la molécula del compuesto de carbodiimida puede potenciarse, no obstante, la síntesis del propio compuesto de carbodiimida y el control de una reacción para introducir una cadena lateral puede volverse difícil. Un peso equivalente de carbodiimida más preferible es por lo menos de 200 y, como máximo, de 10000.

Los compuestos de carbodiimida pueden usarse de forma individual o pueden usarse en combinación de dos o más especies de los mismos en el revelador líquido.

La relación de contenido total del pigmento, el agente de dispersión y la resina en el revelador líquido es, preferiblemente, de un 5 a un 50 % en peso. Si la relación de contenido total es menor que un 5 % en peso, no puede obtenerse una densidad de imagen adecuada. Si la relación de contenido total es mayor que un 50 % en

peso, puede producirse un problema de que la viscosidad del revelador líquido se vuelva demasiado alta.

A continuación, se describirá un método de producción del revelador líquido de la presente invención.

El revelador líquido se produce usando un método de coacervación.

5 El "método de coacervación" es un método en el que, en un líquido mixto de un disolvente que es un buen disolvente para una resina y un disolvente que es un mal disolvente para una resina, cambiando la relación de mezclado de un disolvente con respecto al otro disolvente, la resina es desplazada de un estado disuelto a un estado precipitado y, mientras tanto, un pigmento que es un agente colorante se encapsula en la resina para formar partículas de resina coloreada.

10 En la presente invención, se emplea un método en el que un disolvente orgánico se retira de un líquido mixto del disolvente orgánico para disolver una resina en el que un agente colorante se dispersa y la resina se disuelve, y el medio aislante de hidrocarburo en el que la resina no se disuelve, para que precipite la resina con el fin de encapsular el agente colorante y, por lo tanto, las partículas de resina coloreada se dispersan en el medio aislante de hidrocarburo.

15 Específicamente, en primer lugar, se mezclan un pigmento, un agente de dispersión, y una parte del disolvente orgánico, y el pigmento se dispersa mediante máquinas de dispersión de tipo con medios, por ejemplo, un Attritor, un molino de bolas, un molino de arena, un molino de perlas, o similares, o máquinas de dispersión de tipo sin medios, por ejemplo, un mezclador de alta velocidad o un homogeneizador de alta velocidad para obtener una dispersión de pigmento. Además, la resina y el resto del disolvente orgánico se añaden a esta dispersión de pigmentos, y entonces el medio aislante de hidrocarburo se añade a la vez que se agita la mezcla resultante con un agitador de cuchillas de alta velocidad y, por lo tanto, puede obtenerse un líquido mixto. Cuando se prepara la dispersión de pigmento, la resina puede añadirse por adelantado y entonces puede dispersarse el pigmento.

20 A continuación, el disolvente orgánico se elimina por destilación a la vez que se agita la mezcla con el agitador de cuchillas de alta velocidad y, por lo tanto, el revelador líquido puede obtenerse. Además, si la concentración de materia sólida en el revelador líquido resultante es alta, el medio aislante de hidrocarburo puede añadirse además de tal modo que se logra la concentración de materia sólida requerida. Además, pueden añadirse otros aditivos tales como un agente de control de carga según se requiera. Además, el revelador líquido puede obtenerse mediante la realización simultánea de la eliminación por destilación del disolvente orgánico y la adición del medio aislante de hidrocarburo.

30 Como el disolvente orgánico para disolver una resina que se usa en la presente invención, un disolvente que tiene un valor de SP de 8,5 o más es preferible y son más preferibles los disolventes que tienen un bajo punto de ebullición que son fáciles de eliminar por destilación con respecto al líquido mixto por destilación, y los ejemplos de los disolventes que tienen un bajo punto de ebullición incluyen éteres tales como tetrahidrofurano; cetonas tales como metiletil-cetona y ciclohexanona; y ésteres tales como acetato de etilo, e hidrocarburos aromáticos adicionales tales como tolueno y benceno también pueden usarse cuando el disolvente tiene la capacidad de disolver la resina. Estos disolventes orgánicos pueden usarse de forma individual o pueden usarse en combinación de dos o más especies.

35 Como el agitador de cuchillas de alta velocidad, puede usarse un equipo que pueda realizar la agitación y pueda ejercer una fuerza de cizalla, tal como un homogeneizador o un homomezclador. En estos agitadores de cuchillas de alta velocidad, existen varios tipos de capacidades, número de revoluciones y modelos, no obstante, el equipo apropiado puede usarse dependiendo de los patrones de producción. El número de revoluciones al usar un homogeneizador es, preferiblemente, de 500 revoluciones por minuto (rpm) o más.

45 El medio aislante de hidrocarburo que se usa en la presente invención es, preferiblemente, un medio en el que la resina que se ha mencionado anteriormente no se disuelve y que tiene unas propiedades eléctricas aislantes y un parámetro de solubilidad (SP) más bajo (preferiblemente un valor de SP de menos de 8,5) que el disolvente orgánico que se ha mencionado anteriormente y no se volatiliza en la eliminación por destilación del disolvente orgánico. Los ejemplos del medio aislante de hidrocarburo que satisfacen tales condiciones incluyen hidrocarburos no volátiles o poco volátiles, y los hidrocarburos más preferibles son los hidrocarburos alifáticos y los hidrocarburos alicíclicos. Además, pueden usarse hidrocarburos aromáticos e hidrocarburos halogenados a condición de que estos sean hidrocarburos en los que la resina que se ha mencionado anteriormente no se disuelva y sus valores de SP satisfagan el intervalo de valores de SP que se ha mencionado anteriormente. Entre otros, los medios parafínicos que tienen un alto punto de ebullición (un punto de ebullición de 150 °C o más alto) tal como un medio parafínico normal, un medio isoparafínico, un medio cicloparafínico y una mezcla de dos o más especies de los mismos, son preferibles desde el punto de vista del olor, la inocuidad y el coste. Los ejemplos de medios parafínicos comercialmente disponibles que tienen un alto punto de ebullición tal como un medio parafínico normal, un medio isoparafínico, un medio cicloparafínico y una mezcla de los mismos incluyen Isoper G, Isoper H, Isoper L e Isoper M, Exxsol D130 y Exxsol D140 (todos fabricados por Exxon Chemical K. K.), Shellsol 71 (fabricado por Shell Sekiyu), Disolvente IP 1620, Disolvente IP 2028 y Disolvente IP 2835 (todos fabricados por Idemitsu Petrochemical Co., Ltd.), MORESCO WHITE P-40, MORESCO WHITE P-55 y MORESCO WHITE P-80 (todas parafina líquida, fabricadas por MATSUMURA OIL RESEARCH Corp.), y parafina líquida N° 40-S y parafina líquida N° 55-S (ambas parafina líquida, fabricadas por Chuokasei Co., Ltd.).

65 Además, la relación de contenido del medio aislante de hidrocarburo en el revelador líquido es, preferiblemente, de un 50 a un 95 % en peso.

El diámetro de partícula promedio de las partículas de resina coloreada en el revelador líquido obtenido mediante el método de coacervación es, en general, de 0,1 a 5,0 μm y, preferiblemente, de 0,1 a 3,0 μm .

5 El revelador líquido puede contener además un agente de control de carga según se requiera además de estos materiales, y el agente de control de carga se divide, en un sentido amplio, en los siguientes dos tipos de (1) y (2)

10 (1) Un tipo en el que la superficie de las partículas de tóner está ionizada o recubierta con una sustancia capaz de adsorber iones. Como este tipo de materiales, son adecuados grasas y aceites tales como aceite de semilla de lino y aceite de semilla de soja, resinas alquídicas, polímeros halogenados, ácidos policarboxílicos aromáticos, colorantes solubles en agua que contienen grupo ácido, un condensado oxidado de poliamina aromática.

15 (2) Un tipo en el que una sustancia, que se disuelve en el medio aislante de hidrocarburo y puede dar iones a y recibir iones de las partículas de tóner, coexiste con el revelador líquido. Como este tipo de materiales, son adecuados jabones metálicos tales como naftenato de cobalto, naftenato de níquel, naftenato de hierro, naftenato de zinc, octoato de cobalto, octoato de níquel, octoato de zinc, dodecilato de cobalto, dodecilato de níquel, dodecilato de zinc y 2-etilhexanoato de cobalto; sales sulfonadas metálicas tales como sales sulfonadas de metal-petróleo y sales metálicas de sulfosuccinatos; fosfolípidos tal como lecitina; sales de salicilato metálico tales como un complejo de t-butilsalicilato metálico; una resina de polivinilpirrolidona, una resina de poliamida, una resina que contiene ácido sulfónico, derivados de ácido hidroxibenzoico. Además, además de estos, pueden añadirse otros aditivos según se requiera.

25 Debido a que el revelador líquido minimiza el efecto adverso sobre la resistencia eléctrica y la característica de carga de las partículas de tóner y es superior en cuanto a la dispersabilidad de un pigmento y la estabilidad de dispersión de las partículas de tóner, este puede usarse como un revelador líquido para electrofotografía o registro electrostático usado en máquinas para imprimir, copiadoras, impresoras y faxes.

Efectos

30 Usando el agente de dispersión y la resina, que puede aplicarse a cualquier revelador líquido que use pigmentos, puede obtenerse un revelador líquido en el que el efecto adverso sobre la resistencia eléctrica del revelador líquido y la propiedad electroforética o la característica de carga de las partículas de tóner se minimiza y la dispersabilidad de un pigmento y la estabilidad de dispersión de las partículas de tóner se mejoran.

Mejor modo para llevar a cabo la presente invención

35 La producción del revelador líquido de la presente invención se describirá con más detalle por medio de ejemplos. En las siguientes descripciones, "parte o partes" y "%" hacen referencia a "parte o partes en peso" y "% en peso", a menos que se especifique lo contrario.

40 <Pigmento>

Como pigmento, se usó MA285 (negro de carbono fabricado por Mitsubishi Chemical Corporation).

Ejemplo de Síntesis 1

45 <Agente de dispersión 1>

50 En un matraz de cuatro bocas equipado con un tubo condensador de reflujo, un tubo de entrada de nitrógeno, una barra agitadora y un termómetro, se cargaron 132,6 partes de una solución de tolueno (50 % de contenido en sólidos) de un compuesto de policarbodiimida con un peso equivalente de carbodiimida de 316 que tiene un grupo isocianato y 12,8 partes de N-metildietanolamina, y la mezcla resultante se mantuvo a aproximadamente 100 °C durante 3 horas para hacer que reaccionase un grupo isocianato con un grupo hidroxilo. A continuación, se cargaron 169,3 partes de un auto-policondensado de ácido 12-hidroxiesteárico que tiene un peso molecular promedio en número de 1600, que tiene un grupo carboxilo en su extremo, y la mezcla resultante se mantuvo a aproximadamente 55 80 °C durante 2 horas para que reaccione a un grupo carbodiimida con el grupo carboxilo, y a continuación el tolueno se eliminó por destilación a presión reducida para obtener un agente de dispersión de pigmento 1 (100 % de contenido en sólidos) con un peso equivalente de carbodiimida de 2400 que tiene un peso molecular promedio en número de aproximadamente 9300 y que contiene 0,4188 mmol de un grupo que contiene nitrógeno básico.

60 Ejemplo de Síntesis 2

<Agente de dispersión 2>

65 Un agente de dispersión de pigmento 2 (100 % de contenido en sólidos) con un peso equivalente de carbodiimida de 2786 que tiene un peso molecular promedio en número de 11492 y que contiene 0,3386 mmol / g de un grupo que contiene nitrógeno básico se obtuvo mediante el mismo método que en el Ejemplo de Síntesis 1, excepto por que se

cambia el auto-policondensado de ácido 12-hidroxiesteárico que tiene un peso molecular promedio en número de 1600, que tiene un grupo carboxilo en su extremo, por un producto de apertura de anillo de policaprolactona que tiene un peso molecular promedio en número de 2000, que tiene un grupo carboxilo en su extremo.

5 <Agente de dispersión de pigmento comparativo>

Como agente de dispersión de pigmento comparativo, se empleó Ajisper PB821 (fabricado por Ajinomoto Fine-Techno Co., Inc.).

10 <Resina>

Las resinas 1 a 4 se obtuvieron mediante la polimerización de monómeros que tienen una composición (relación molar) que se muestra en la tabla 1, respectivamente.

15 [Tabla 1]

Nº de resina / Monómero	St	BzMA	SMA	MMA	AA	Mw	Av
Resina 1	85,0	–	5,0	–	10,0	68000	50
Resina 2	19,0	30,0	8,0	7,0	36,0	10000	150
Resina 3	93,0	5,0	–	–	2,0	60000	10
Resina 4	80,0	–	5,0	–	15,0	52000	76

Las abreviaturas en la tabla 1 tienen los siguientes significados; St: estireno, BzMA: metacrilato de bencilo, SMA: metacrilato de estearilo, MMA: metacrilato de metilo, AA: ácido acrílico, Mw: peso molecular promedio en peso, y Av: índice de acidez.

20 <Producción de revelador líquido> Ejemplo 1

Se mezclaron 10 partes de MA285 y 1 parte del agente de dispersión 1 anterior, 1 parte del agente de dispersión 2 anterior y 88 partes de tetrahidrofurano (valor de SP 9,1, haciéndose referencia al mismo en lo sucesivo en el presente documento, como "THF") como agentes de dispersión, y la mezcla resultante se amasó durante 15 minutos con un agitador para pintura usando perlas de acero de 5 mm de diámetro y a continuación se amasó adicionalmente durante 2 horas con molino a motor EIGER M-250 (fabricado por EIGER Japan K. K.) usando perlas de zirconia de 0,5 mm de diámetro. A 50 partes de esta mezcla amasada, se añadieron 8 partes de la resina 1, y la mezcla resultante se diluyó con 42 partes de THF. La mezcla diluida se agitó a la vez que se diluía con 86 partes de MORESCO WHITE P-40 (fabricado por MATSUMURA OIL RESEARCH Corp., valor de SP menor que 8,5, punto de ebullición 260 °C) para obtener un líquido mixto. A continuación, usando un aparato en el que un aparato de eliminación por destilación de disolvente (conectado con un equipo reductor de presión) está conectado con un homogeneizador equipado con un recipiente de agitación herméticamente sellado, la presión del líquido mixto se redujo de tal forma que la temperatura del líquido mixto es de 50 °C mediante el equipo reductor de presión a la vez que se agita el líquido mixto a alta velocidad (número de revoluciones 5000 rpm) con el homogeneizador. El THF se sacó por destilación completamente del recipiente de agitación herméticamente sellado para obtener un revelador líquido (14 % de concentración de contenido en sólidos) del Ejemplo 1.

40 Ejemplo 2

Un revelador líquido del Ejemplo 2 se obtuvo mediante el mismo método que en el Ejemplo 1, excepto por que se cambian los agentes de dispersión por el agente de dispersión 1 solo.

45 Ejemplo 3

Un revelador líquido del Ejemplo 3 se obtuvo mediante el mismo método que en el Ejemplo 1, excepto por que se cambia la resina por la resina 3.

50 Ejemplo 4

Un revelador líquido del Ejemplo 4 se obtuvo mediante el mismo método que en el Ejemplo 1, excepto por que se cambia la resina por la resina 4.

55 Ejemplo Comparativo 1

Un revelador líquido del Ejemplo Comparativo 1 se obtuvo mediante el mismo método que en el Ejemplo 1, excepto por que se cambia la resina por la resina 2.

Ejemplo Comparativo 2

Un revelador líquido del Ejemplo Comparativo 2 se obtuvo mediante el mismo método que en el Ejemplo 1, excepto por que se cambian los agentes de dispersión por Ajisper PB821 solo.

<Método de evaluación>

Cada revelador líquido se evaluó de acuerdo con el siguiente método de evaluación. Los resultados se muestran en la tabla 2.

(Viscosidad)

La viscosidad a 25 °C se midió en términos de la viscosidad después de 60 segundos con un viscosímetro de tipo E (fabricado por Toki Sangyo Co., Ltd., 50 rpm).

(Tamaño de partícula)

Los tamaños de partícula (diámetros de partícula promedio de las partículas de resina coloreada) se midieron visualmente usando un microscopio óptico BH-2 (fabricado por Olympus Corp.).

(Propiedad de carga y propiedad electroforética)

Las partículas se observaron usando una célula de migración (condiciones: distancia entre electrodos: 80 µm, tensión aplicada: 200 V).

O: Las partículas migraron suavemente sin aglomerarse

Δ: Las partículas migraron a la vez que forman aglomerados

3: Las partículas se aglomeran entre los electrodos y no se mueven

En lo que concierne a la propiedad de carga, cuando un 90 % o más de las partículas de tóner migraron hasta el lado de electrodo negativo al aplicar una tensión a la célula de migración, la propiedad de carga se clasificó como "+". Cuando un 90 % o más de las partículas de tóner migraron hasta el lado de electrodo positivo al aplicar una tensión a la célula de migración, la propiedad de carga se clasificó como "-". Y los casos diferentes de estos casos se evaluaron como "±". En el Ejemplo Comparativo 2, debido a que la aglomeración fue intensiva, la propiedad de carga no pudo evaluarse.

[Tabla 2]

	Agente de dispersión usado / resina	Viscosidad (mPa·s)	Tamaño de partícula (µm)	Propiedad de carga	Propiedad electroforética
Ejemplo 1	agentes de dispersión 1 y 2 / resina 1	7,1	1 a 2,5	+	O
Ejemplo 2	agente de dispersión 1 / resina 1	7,2	1 a 2	+	O
Ejemplo 3	agentes de dispersión 1 y 2 / resina 3	12,1	1 a 2	+	O
Ejemplo 4	agentes de dispersión 1 y 2 / resina 4	7,0	1 a 3	+	O
Ejemplo Comparativo 1	agentes de dispersión 1 y 2 / resina 2	7,7	1 a 2	±	Δ
Ejemplo Comparativo 2	PB821 / resina 1	9,7	2 a 4	(*)	x
(*) En el Ejemplo Comparativo 2, debido a que la aglomeración fue intensiva, la propiedad de carga no pudo evaluarse.					

REIVINDICACIONES

1. Un método de producción de un revelador líquido mediante la dispersión de unas partículas de resina coloreada que comprenden por lo menos un pigmento, un agente de dispersión y una resina en un medio aislante de hidrocarburo usando un método de coacervación, que comprende
- 5
- una etapa de obtención de un líquido mixto que contiene por lo menos un pigmento; un agente de dispersión, una resina, un disolvente orgánico para disolver dicha resina y un medio aislante de hidrocarburo, y
 - una etapa de eliminar por destilación el disolvente orgánico que está contenido en dicho líquido mixto,
- 10
- donde dicho agente de dispersión es un compuesto de carbodiimida que tiene por lo menos un grupo que contiene nitrógeno básico y por lo menos una cadena lateral de poliéster introducida a través de una reacción con un grupo carbodiimida en su molécula, y dicha resina es una resina que contiene grupo ácido y el índice de acidez de la resina es de 1 a 100.
- 15
2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde dicho agente de dispersión es un compuesto de carbodiimida que contiene un grupo que contiene nitrógeno básico en una cantidad de 0,02 a 4 mmol por 1 g del compuesto.
- 20
3. El método de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, donde dicho agente de dispersión es un compuesto de carbodiimida que tiene un grupo que contiene nitrógeno básico en la cadena principal.
- 25
4. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde dicho grupo que contiene nitrógeno básico es un grupo amino terciario.
- 30
5. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde dicho agente de dispersión es un compuesto de carbodiimida con un peso equivalente de carbodiimida de 100 a 50000.
- 35
6. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, donde dicha resina es una resina que contiene grupo carboxilo.
7. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, donde dicho medio aislante de hidrocarburo es una parafina de alto punto de ebullición que tiene un punto de ebullición de 150 °C o más alto.