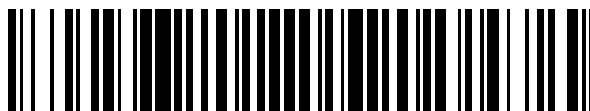


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 553 252**

51 Int. Cl.:

G03G 9/08 (2006.01)

G03G 9/087 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.03.2011** **E 11157501 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.09.2015** **EP 2365393**

54 Título: **Tóner y agente de revelado**

30 Prioridad:

10.03.2010 JP 2010052966

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

07.12.2015

73 Titular/es:

**RICOH COMPANY, LTD. (100.0%)
3-6, Nakamagome 1-chome, Ohta-ku
Tokyo 143-8555, JP**

72 Inventor/es:

**SUGIMOTO, TSUYOSHI;
SASAKI, FUMIHIRO;
YAMASHITA, HIROSHI;
OGAWA, SATOSHI;
AWAMURA, JUNICHI;
SHU, HYO;
SUZUKI, TOMOMI;
KUSAHARA, TERUKI;
INOUE, RYOTA y
INOUE, DAISUKE**

74 Agente/Representante:

SUGRAÑES MOLINÉ, Pedro

ES 2 553 252 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

Tóner y agente de revelado

5 Antecedentes

Campo de la invención

10 La presente invención se refiere a un tóner para su uso en electrofotografía, registro electrostático e impresión electrostática. Además, la presente invención también se refiere a un agente de revelado que usa el tóner.

Descripción de los antecedentes

15 En la electrofotografía, el registro electrostático y la impresión electrostática, una imagen latente electrostática se forma sobre un miembro de soporte de imagen (por ejemplo, un fotorreceptor). Un agente de revelado revela la imagen latente electrostática para dar una imagen de tóner que es visible. La imagen de tóner a continuación se transfiere sobre un medio de registro (por ejemplo, papel) y se fija sobre el mismo.

20 Los agentes de revelado se clasifican en agentes de revelado de un componente que están compuestos por un tóner y agentes de revelado de dos componentes que están compuestos por un tóner y un medio de soporte.

25 En la mayor parte de los procesos de formación de imágenes electrofotográficas, desde el punto de vista de la eficiencia energética, una imagen de tóner se fija sobre un medio de registro al presionar directamente un rodillo de calentamiento contra la imagen de tóner sobre el medio de registro. Puede hacerse referencia en lo sucesivo en el presente documento a este método de fijación como método de rodillo de calentamiento.

30 El método de rodillo de calentamiento consume de forma poco ventajosa una gran cantidad de electricidad. Por lo tanto, ha habido diversos intentos de reducir el consumo de electricidad en el método de rodillo de calentamiento. Por ejemplo, un intento incluye reducir la salida de potencia de un calentador para calentar el rodillo de calentamiento a la vez que no se forma imagen alguna (es decir, durante el modo de reposo) y aumentar esta a la vez que se forman imágenes, lo que se ha empleado ampliamente. No obstante, en este caso, los usuarios han de esperar varias decenas de segundos hasta que el rodillo de calentamiento se recupera del modo de reposo para que esté listo para la fijación.

35 Hay otro intento en el que el calentador se apaga por completo durante el modo de reposo. En este intento, se requiere que los tóneres puedan fijarse a unas temperaturas mucho más bajas.

40 Para cumplir este requisito de susceptibilidad de fijación a baja temperatura y estabilidad de almacenamiento (resistencia de bloqueo), recientemente se emplean como aglutinante de tóner las resinas de poliéster en lugar de resinas de estireno. Las resinas de poliéster tienen una mejor afinidad por los medios de registro en comparación con las resinas de estireno.

45 Por ejemplo, la publicación de solicitud de patente de Japón nº (en lo sucesivo en el presente documento, el documento JP-A) 2004-245854 divulga un tóner que incluye una resina de poliéster lineal que tiene unas propiedades específicas, y el documento JP-H04-70765-A divulga un tóner que incluye una resina de poliéster reticulada no lineal que se obtiene a partir de una colofonia.

50 No obstante, estos tóneres no cumplen la reciente demanda de aparatos de formación de imagen de alta velocidad y de bajo consumo energético en los que tanto se acorta el periodo de fijación como se reduce la temperatura de fijación, y pueden dar como resultado una fijación débil sobre un medio de registro.

55 El tóner que se divulga en el documento JP-H04-70765-A tiene una ventaja en cuanto a la productividad cuando el tóner se fabrica a través de un proceso de pulverización debido a que la resina de poliéster que se obtiene a partir de una colofonia, como un componente de ácido, es fácil de pulverizar. Adicionalmente, la resina de poliéster que se obtiene a partir de una combinación de la colofonia y 1,2-propanodiol que es un alcohol ramificado que tiene 3 átomos de carbono, como un componente de alcohol, puede fijarse a unas temperaturas mucho más bajas que las que se obtienen a partir de un alcohol que tiene como máximo 2 átomos de carbono, al tiempo que se mantiene la resistencia de offset. Así mismo, una resina de poliéster de este tipo tiene una estabilidad de almacenamiento mejor que la que se obtiene a partir de un alcohol ramificado que tiene por lo menos 4 átomos de carbono incluso cuando la temperatura de transición vítrea es baja.

Incluso si estas resinas de poliéster cumplen ahora el requisito de susceptibilidad de fijación a baja temperatura, será difícil que estas respondan a unos requisitos más estrictos de ahorro energético en el futuro cercano.

65 Al intentar mejorar más tanto la susceptibilidad de fijación a baja temperatura como la estabilidad de almacenamiento termorresistente, el documento JP-2006-208609-A divulga un tóner que incluye una resina y un

componente auxiliar de fijación que es un plastificante compatible con la resina tras el calentamiento. El agente auxiliar de fijación existe como unos dominios cristalinos en el tóner. Cada uno de los documentos JP-2009-109971-A y JP-2006-337872-A divulga un tóner que incluye una resina de poliéster cristalina. No obstante, cada uno de estos tóneres sigue siendo poco satisfactorio para usarse en aparatos de formación de imagen de alta velocidad y de bajo consumo energético.

Sumario

En vista de las circunstancias que se han descrito en lo que antecede se exponen aspectos a modo de ejemplo de la presente invención, y proporcionan un tóner y agente de revelado novedoso que tiene una buena combinación de la susceptibilidad de fijación a baja temperatura y la resistencia de offset en caliente. El tóner y agente de revelado novedoso produce unas imágenes de alta definición y de alta calidad durante un periodo prolongado de tiempo sin contaminar un dispositivo de fijación en uso o las imágenes resultantes.

El tóner de la invención se define en la reivindicación 1.

El tóner es obtenible mediante la dispersión de una fase oleosa que comprende un disolvente orgánico, el colorante, la resina de poliéster cristalina, y la resina de poliéster amorfa, en un medio acuoso para preparar una dispersión O / W; y la retirada del disolvente orgánico de la dispersión O / W.

Breve descripción del dibujo

Una apreciación más completa de la divulgación y muchas de las ventajas concomitantes de la misma se obtendrá fácilmente a medida que la misma se vaya entendiendo mejor por referencia a la siguiente descripción detallada cuando se considere en conexión con los dibujos adjuntos, en los que:

La FIGURA muestra un diagrama calorimétrico diferencial de barrido a modo de ejemplo de la resina de poliéster cristalina de acuerdo con la presente memoria descriptiva.

Descripción detallada

La invención proporciona un tóner tal como se define en la reivindicación 1.

El tóner puede ser obtenible mediante la dispersión de una fase oleosa que comprende un disolvente orgánico, el colorante, la resina de poliéster cristalina, y la resina de poliéster amorfa, en un medio acuoso para preparar una dispersión O / W, y la retirada del disolvente orgánico de la dispersión O / W.

La resina de poliéster cristalina reduce con rapidez su viscosidad y se funde a aproximadamente la temperatura de pico endotérmica debido a su cristalinidad. Por consiguiente, la resina de poliéster cristalina mantiene la estabilidad de almacenamiento termorresistente hasta justo antes de reducir con rapidez su viscosidad y de fundirse para fijarse sobre un medio de registro. Por lo tanto, el tóner que incluye una resina de poliéster cristalina de este tipo tiene tanto estabilidad de almacenamiento termorresistente como susceptibilidad de fijación a baja temperatura.

Para mejorar más la estabilidad de almacenamiento termorresistente y la susceptibilidad de fijación a baja temperatura, la resina de poliéster cristalina tiene una curva endotérmica abrupta en la que un pico endotérmico existe dentro de un intervalo de temperaturas de 60 a 80 °C. Más preferiblemente, el pico endotérmico máximo existe dentro de un intervalo de temperaturas de 65 a 75 °C.

Preferiblemente, la diferencia entre la primera temperatura de hombro endotérmica (T2-cs1) (°C) y la segunda temperatura de hombro endotérmica (T2-cs2) (°C) es tan pequeña como sea posible. Cuanto más pequeña sea la diferencia, más pequeña será la variación en cuanto a la composición molecular y la distribución de pesos de la resina de poliéster cristalina. Una resina de poliéster cristalina de este tipo reduce con rapidez su viscosidad a aproximadamente la temperatura de pico endotérmica, mejorando de este modo la susceptibilidad de fijación a baja temperatura del tóner.

Para mejorar más la estabilidad de almacenamiento de termorresistencia y la resistencia de bloqueo, la diferencia entre la temperatura de pico endotérmica (T2-cp) (°C) y la primera temperatura de hombro endotérmica (T2-cs1) (°C) es de menos de 10, más preferiblemente de menos de 6. Cuanto más pequeña sea la diferencia, más pequeña será la cantidad de componentes de bajas propiedades térmicas que se encuentran presentes en la resina de poliéster cristalina.

Para mejorar más la susceptibilidad de fijación a baja temperatura, la diferencia entre la temperatura de pico endotérmica (T2-cp) (°C) y la segunda temperatura de hombro endotérmica (T2-cs2) (°C) es de menos de 10, más preferiblemente de menos de 6. Cuanto más pequeña sea la diferencia, más pequeña será la cantidad de componentes de altas propiedades térmicas que se encuentran presentes en la resina de poliéster cristalina.

La temperatura de pico endotérmica (T2-cp) (°C) puede controlarse mediante el cambio de la composición de monómeros o el peso molecular promedio en peso de la resina de poliéster cristalina.

La diferencia entre la temperatura de pico endotérmica (T2-cp) (°C) y la primera o la segunda temperatura de hombro endotérmica (T2-cs1) o (T2-cs2) (°C) puede hacerse mucho más pequeña mediante el aumento de la cristalinidad de la resina de poliéster cristalina. Esto puede lograrse mediante la obtención de la resina de poliéster cristalina a partir de monómeros de ácido y de alcohol que son similares en cuanto a la composición. En este caso, unas porciones que tienen una estructura idéntica en cadenas moleculares se solapan entre sí con una alta probabilidad, dando como resultado una alta cristalinidad.

Adicionalmente, la diferencia entre la temperatura de pico endotérmica (T2-cp) (°C) y la primera o la segunda temperatura de hombro endotérmica (T2-cs1) o (T2-cs2) (°C) puede hacerse mucho más pequeña mediante la reducción de la diferencia entre los pesos moleculares promedio en número y en peso de la resina de poliéster cristalina.

Los disolventes orgánicos adecuados para fabricar el tóner incluyen los que disuelven por completo la resina de poliéster cristalina para formar un líquido uniforme a temperaturas altas, al tiempo que separado de la resina de poliéster cristalina para formar un líquido no uniforme opaco a temperaturas bajas.

De forma más específica, los disolventes orgánicos que pueden comportarse como no disolvente por debajo de (Tm-40) (°C) y buen disolvente a, y por encima de, (Tm+40) (°C) son preferibles. En el presente caso, Tm (°C) representa la temperatura de fusión de la resina de poliéster cristalina. Ejemplos específicos de tales disolventes incluyen, pero sin limitarse a, tolueno, acetato de etilo, acetato de butilo, metil etil cetona, y metil isobutil cetona. Dos o más de estos disolventes pueden usarse en combinación.

La resina de poliéster cristalina puede obtenerse a partir de un componente de alcohol y un componente de ácido. Ejemplos preferidos específicos de componentes de alcohol adecuados incluyen, pero sin limitarse a, compuestos de diol alifáticos saturados que tienen de 2 a 12 átomos de carbono, tal como 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,8-octanodiol, 1,10-decanodiol, 1,12-dodecanodiol, y derivados de los mismos. Ejemplos preferidos específicos de componentes de ácido adecuados incluyen, pero sin limitarse a, ácidos dicarboxílicos que tienen una doble unión C=C y de 2 a 12 átomos de carbono, y ácidos dicarboxílicos saturados que tienen de 2 a 12 átomos de carbono, tales como ácido fumárico, ácido 1,4-butanodioico, ácido 1,6-hexanodioico, ácido 1,8-octanodioico, ácido 1,10-decanodioico, ácido 1,12-dodecanodioico, y derivados de los mismos.

Para hacer la diferencia entre la temperatura de pico endotérmica (T2-cp) (°C) y la primera o la segunda temperatura de hombro endotérmica (T2-cs1) o (T2-cs2) (°C) mucho más pequeña, el componente de alcohol preferiblemente comprende por lo menos uno de 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol, 1,8-octanodiol, 1,10-decanodiol, y 1,12-dodecanodiol, y el componente de ácido preferiblemente comprende por lo menos uno de ácido fumárico, ácido 1,4-butanodioico, ácido 1,6-hexanodioico, ácido 1,8-octanodioico, ácido 1,10-decanodioico, y ácido 1,12-dodecanodioico.

La resina de poliéster cristalina preferiblemente tiene un índice de acidez de 5 mg KOH / g o más, más preferiblemente 10 mg KOH / g o más, para mejorar la afinidad por el papel para mejorar la susceptibilidad de fijación a baja temperatura. Por otro lado, la resina de poliéster cristalina preferiblemente tiene un índice de acidez de 45 mg KOH / g o menos para mejorar la resistencia de offset en caliente.

La resina de poliéster cristalina preferiblemente tiene un índice de hidroxilo de 0 a 50 mg KOH / g, más preferiblemente de 5 a 50 mg KOH / g, para mejorar la susceptibilidad de carga y la susceptibilidad de fijación a baja temperatura.

La estructura molecular de la resina de poliéster cristalina puede determinarse mediante RMN líquida, RMN sólida, difracción de rayos X, CG / EM, CL / EM, IR, o similares. Un método a modo de ejemplo para determinar la estructura molecular incluyen observar un espectro de absorción de infrarrojos para determinar si el espectro tiene un pico de absorción basándose en δCH (vibración de flexión fuera del plano) de la olefina a $965 \pm 10 \text{ cm}^{-1}$ o $990 \pm 10 \text{ cm}^{-1}$.

Se sabe que una resina que tiene una distribución de pesos moleculares estrecha y un peso molecular promedio bajo tiene una susceptibilidad de fijación a baja temperatura, y la que incluye una gran cantidad de componentes de bajo peso molecular tiene una estabilidad de almacenamiento termorresistente pobre. En vista de esto, un diagrama de distribución de pesos moleculares (M) que se obtiene mediante cromatografía de permeación en gel, que tiene el eje lateral que indica "log (M)" y el eje vertical que indica "% en peso", de los componentes solubles en o-diclorobenceno en la resina de poliéster cristalina preferiblemente tiene un pico que tiene medio ancho de banda de 1,5 o menos dentro de un intervalo lateral log (M) de 3,5 a 4,0. Adicionalmente, es preferible que el peso molecular promedio en peso (Pm) sea de 3.000 a 30.000, el peso molecular promedio en número (Mn) sea de 1.000 a 10.000, y la relación Pm / Mn sea de 1 a 10. Es más preferible que el peso molecular promedio en peso (Pm) sea de 5.000 a 15.000, el peso molecular promedio en número (Mn) sea de 2.000 a 10.000, y la relación Pm / Mn sea de 1 a 5.

Así mismo, propiedades de la resina de poliéster cristalina, tal como cristalinidad, punto de ablandamiento, y resistencia de offset en caliente, son fáciles de controlar cuando la resina de poliéster cristalina es un poliéster no lineal que se prepara usando un poliol que tiene 3 o más valencias (por ejemplo, glicerina) como el componente de alcohol y un ácido carboxílico que tiene 3 o más valencias (por ejemplo, anhídrido trimelítico) como el componente de ácido.

La resina de poliéster amorfa puede comprender una resina de poliéster sin modificar y una resina de poliéster modificada. La resina de poliéster modificada se obtiene preferiblemente mediante el alargamiento y / o la reticulación de un precursor de la misma.

La resina de poliéster sin modificar es preferiblemente por lo menos parcialmente compatible con la resina de poliéster modificada, con el fin de mejorar la susceptibilidad de fijación a baja temperatura y la resistencia de offset en caliente del tóner resultante.

Por lo tanto, las resinas de poliéster modificadas y sin modificar están compuestas preferiblemente de polioles y ácidos policarboxílicos similares.

La resina de poliéster sin modificar preferiblemente satisface la siguiente relación:

$$45 \leq (T2-ns1) < 65$$

y más preferiblemente, la siguiente relación:

$$45 \leq (T2-ns1) < 55$$

en las que (T2-ns1) (°C) representa una temperatura de hombro endotérmica que se determina a partir del segundo calentamiento en la calorimetría diferencial de barrido.

Cuando (T2-ns1) (°C) es demasiado pequeña, la estabilidad de almacenamiento termorresistente del tóner resultante puede ser pobre. Cuando (T2-ns1) (°C) es demasiado grande, la susceptibilidad de fijación a baja temperatura del tóner resultante puede ser pobre.

La resina de poliéster sin modificar preferiblemente tiene un índice de acidez de 1 a 50 KOH mg / g, y más preferiblemente de 5 a 30 KOH mg / g, de tal modo que el tóner resultante puede cargarse negativamente y tiene una mejor afinidad por el papel para mejorar más la susceptibilidad de fijación a baja temperatura. Cuando el índice de acidez es demasiado grande, la estabilidad de carga ambiental puede ser pobre.

La resina de poliéster sin modificar preferiblemente tiene un índice de hidroxilo de 5 KOH mg / g o más.

Tal como se ha descrito en lo que antecede, la resina de poliéster modificada se obtiene preferiblemente mediante el alargamiento y / o la reticulación de un precursor de la misma.

Por consiguiente, el tóner puede ser obtenible mediante la dispersión de una fase oleosa en un medio acuoso que contiene un dispersante de partículas para preparar una dispersión O / W, comprendiendo la fase oleosa un disolvente orgánico, el colorante, la resina de poliéster cristalina, la resina de poliéster sin modificar, un precursor de la resina de poliéster modificada, y un compuesto capaz de alargarse y / o reticularse con el precursor; el alargamiento y / o la reticulación del compuesto con el precursor en la dispersión O / W; y la retirada del disolvente orgánico de la dispersión O / W.

Como el precursor de la resina de poliéster modificada, por ejemplo, un prepolímero de poliéster que está modificado con un isocianato, una resina epoxídica, o similares es preferible. Un prepolímero de poliéster de este tipo se alarga con un compuesto que tiene un grupo hidrógeno activo (por ejemplo, una amina), y la resina de poliéster modificada resultante contribuye a un intervalo de temperaturas de fijación más amplio del tóner.

El prepolímero de poliéster puede obtenerse al hacer que reaccione un poliéster de base con un agente de isocianación o un agente de epoxidación.

Ejemplos específicos de agentes de isocianación utilizables incluyen, pero sin limitarse a, poliisocianatos alifáticos (por ejemplo, tetrametileno diisocianato, hexametileno diisocianato, 2,6-diisocianatometil caproato); poliisocianatos alicíclicos (por ejemplo, isoforona isocianato, ciclohexilmetano diisocianato); diisocianato aromático (por ejemplo, tolieno diisocianato, difenilmetano diisocianato); diisocianatos alifáticos aromáticos (por ejemplo, $\alpha, \alpha', \alpha''$ -tetrametilxilileno diisocianato); isocianuratos; y los poliisocianatos anteriores bloqueados con un derivado de fenol, una oxima, o una caprolactama. Dos o más de estos compuestos pueden usarse en combinación.

Ejemplos específicos de agentes de epoxidación utilizables incluyen, pero sin limitarse a, epiclohidrina.

- 5 La relación equivalente $[NCO] / [OH]$ de grupos isocianato $[NCO]$ en el agente de isocianación con respecto a grupos hidroxilo $[OH]$ en el poliéster de base es preferiblemente de 5 / 1 a 1 / 1, más preferiblemente de 4 / 1 a 1,2 / 1, y lo más preferiblemente de 2,5 / 1 a 1,5 / 1. Cuando $[NCO] / [OH]$ es demasiado grande, la susceptibilidad de fijación a baja temperatura del tóner resultante puede ser pobre. Cuando $[NCO] / [OH]$ es demasiado pequeña, la resistencia de offset en caliente del tóner resultante puede ser pobre debido a que la cantidad de uniones de urea en el prepolímero de poliéster resultante es demasiado pequeña.
- 10 El contenido del agente de isocianación en el prepolímero de poliéster resultante es preferiblemente de 0,5 a 40% en peso, más preferiblemente de 1 a 30% en peso, y lo más preferiblemente de 2 a 20% en peso. Cuando el contenido es demasiado pequeño, la resistencia de offset en caliente, la estabilidad de almacenamiento termorresistente, y la susceptibilidad de fijación a baja temperatura del tóner resultante pueden ser pobres. Cuando el contenido es demasiado grande, la susceptibilidad de fijación a baja temperatura del tóner resultante puede ser pobre.
- 15 El número de grupos isocianato en una molécula del prepolímero de poliéster resultante es preferiblemente 1 o más. El número promedio es preferiblemente de 1,5 a 3, más preferiblemente de 1,8 a 2,5. Cuando el número de grupos isocianato por molécula es demasiado pequeño, la resistencia de offset en caliente del tóner resultante puede ser pobre debido a que el peso molecular del poliéster modificado con urea resultante es demasiado pequeño.
- 20 El precursor de la resina de poliéster modificada preferiblemente tiene un peso molecular promedio en peso de 1×10^4 a 3×10^5 .
- El prepolímero de poliéster se alarga y / o se reticula con un compuesto que tiene un grupo hidrógeno activo tal como una amina.
- 25 Ejemplos específicos de aminas utilizables incluyen, pero sin limitarse a, compuestos de diamina, compuestos de poliamina que tienen 3 o más valencias, compuestos de amino alcohol, compuestos de amino mercaptán, compuestos de aminoácido, y tales compuestos en los que el grupo amino está bloqueado.
- 30 Ejemplos específicos de los compuestos de diamina incluyen, pero sin limitarse a, diaminas aromáticas (por ejemplo, fenilén-diamina, dietiltoluenodiamina, 4,4'-diaminofenilmetano); diaminas alicíclicas (por ejemplo, 4,4'-diamino-3,3'-dimetildiciclohexilmetano, diamina ciclohexano, isoforonadiazina); y diaminas alifáticas (por ejemplo, etilén-diamina, tetrametilén-diamina, hexametilén-diamina).
- 35 Ejemplos específicos de los compuestos de poliamina que tienen 3 o más valencias incluyen, pero sin limitarse a, dietilén-triamina y trietilén-tetramina.
- Ejemplos específicos de los compuestos de amino alcohol incluyen, pero sin limitarse a, etanolamina e hidroxietilánilina.
- 40 Ejemplos específicos de los compuestos de amino mercaptán incluyen, pero sin limitarse a, aminoetil mercaptán y aminopropil mercaptán.
- 45 Ejemplos específicos de los compuestos de aminoácido incluyen, pero sin limitarse a, ácido aminopropiónico y ácido aminocaproico.
- Ejemplos específicos de los compuestos anteriores en los que el grupo amino está bloqueado incluyen, pero sin limitarse a, compuestos de quetimina que se preparan a partir de aminas y cetonas (por ejemplo, acetona, metil etil cetona, metil isobutil cetona), y compuestos de oxazolona.
- 50 De entre las aminas que se han descrito en lo que antecede, son preferibles los compuestos de diamina y las mezclas de un compuesto de diamina y una pequeña cantidad de un compuesto de poliamina.
- 55 El tóner puede incluir adicionalmente resinas aglutinantes que no sean las resinas de poliéster modificadas o sin modificar que se han descrito en lo que antecede, por ejemplo, una resina de poliéster modificada con uretano.
- Adicionalmente, el tóner puede incluir una resina de poliéster modificada con urea que se obtiene mediante un método que se denomina método de una sola operación tal como sigue:
- 60 En primer lugar, un polioliol y un ácido carboxílico se calientan a de 150 a 280 °C en presencia de un catalizador (por ejemplo, tetrabutoxi titanato, óxido de dibutilestaño), a la vez que se despresuriza y se retira el agua producida, si es necesario, para preparar una resina de poliéster que tiene un grupo hidroxilo.
- A continuación, se hace que la resina de poliéster que tiene un grupo hidroxilo reaccione con un poliisocianato a de 40 a 140 °C, para preparar un prepolímero de poliéster que tiene un grupo isocianato.
- 65

Por último, se hace que el prepolímero de poliéster que tiene un grupo isocianato reaccione con una amina a de 0 a 140 °C. Por lo tanto, se obtiene una resina de poliéster modificada con urea.

5 La resina de poliéster modificada con urea que se prepara de este modo preferiblemente tiene un peso molecular promedio en número de 1.000 a 10.000, y más preferiblemente de 1.500 a 6.000.

Cuando la resina de poliéster que tiene un grupo hidroxilo reacciona con un poliisocianato, y / o el prepolímero de poliéster que tiene un grupo isocianato reacciona con una amina, puede usarse un disolvente, si es necesario.

10 Ejemplos específicos de los disolventes utilizables incluyen, pero sin limitarse a, disolventes aromáticos (por ejemplo, tolueno, xileno), cetonas (por ejemplo, acetona, metil etil cetona, metil isobutil cetona), ésteres (por ejemplo, acetato de etilo), amidas (por ejemplo, dimetilformamida, dimetilacetamida), y éteres (por ejemplo, tetrahidrofurano), que son inactivos con el grupo isocianato.

15 Tal como se ha descrito en lo que antecede, el tóner puede incluir adicionalmente resinas aglutinantes que no sean la resina de poliéster cristalina y la resina de poliéster amorfa incluyendo las resinas de poliéster modificadas y sin modificar.

20 Preferiblemente, las resinas aglutinantes están compuestas por 50% en peso o más de resinas de poliéster. Cuando la cantidad de resinas de poliéster es demasiado pequeña, la susceptibilidad de fijación a baja temperatura del tóner puede ser pobre. Más preferiblemente, las resinas aglutinantes están compuestas solo por resinas de poliéster.

25 Ejemplos específicos de las resinas aglutinantes utilizables que no sean resinas de poliéster incluyen, pero sin limitarse a, polímeros de estireno o derivados de estireno (por ejemplo, poliestireno, poli-p-cloroestireno, polivinil tolueno), copolímeros a base de estireno (por ejemplo, copolímero de estireno - p-cloroestireno, copolímero de estireno - propileno, copolímero de estireno - viniltolueno, copolímero de estireno - vinilnaftaleno, copolímero de estireno - acrilato de metilo, copolímero de estireno - acrilato de etilo, copolímero de estireno - acrilato de butilo, copolímero de estireno - acrilato de octilo, copolímero de estireno - metacrilato de metilo, copolímero de estireno - metacrilato de etilo, copolímero de estireno - metacrilato de butilo, copolímero de estireno - α -clorometacrilato de metilo, copolímero de estireno - acrilonitrilo, copolímero de estireno - vinil metil cetona, copolímero de estireno - butadieno, copolímero de estireno - isopreno, copolímero de estireno - acrilonitrilo - indeno, copolímero de estireno - ácido maleico, copolímero de estireno - maleato), poli(metacrilato de metilo), poli(metacrilato de butilo), poli(cloruro de vinilo), poli(acetato de vinilo), polietileno, polipropileno, resina epoxídica, resina de poliol epoxídica, resina de poliuretano, resina de poliamida, polivinil butiral, poli(ácido acrílico), colofonia, colofonia modificada, resina de terpeno, resina de hidrocarburo alifático o alicíclico, resina de petróleo aromática, parafina clorada, y cera de parafina.

30

35

40 La relación de la resina de poliéster cristalina con respecto a la resina de poliéster amorfa es preferiblemente de 3 / 97 a 45 / 55, y más preferiblemente de 5 / 95 a 20 / 80. Cuando la relación de la resina de poliéster cristalina es demasiado pequeña, la susceptibilidad de fijación a baja temperatura del tóner puede ser pobre. Cuando la relación de la resina de poliéster cristalina es demasiado grande, la resistencia de offset en caliente y la estabilidad de almacenamiento termorresistente del tóner pueden ser pobres.

45 Ejemplos específicos de los colorantes utilizables incluyen, pero sin limitarse a, negro de carbono, tintes de Nigrosina, óxido de hierro negro, AMARILLO NAFTOL S, AMARILLO HANSA (10G, 5G y G), Amarillo de Cadmio, óxido de hierro amarillo, loess, amarillo de cromo, Amarillo Titan, amarillo de poliazó, Amarillo de Aceite, AMARILLO HANSA (GR, A, RN y R), Pigmento Amarillo L, AMARILLO BENCIDINA (G y GR), AMARILLO PERMANENTE (NCG), AMARILLO VULCAN RÁPIDO (5G y R), Laca de Tartrazina, Laca de Amarillo de Quinolina, AMARILLO ANTRAZANA BGL, amarillo de isoindolinona, óxido de hierro rojo, plomo rojo, plomo naranja, rojo de cadmio, rojo de cadmio y mercurio, naranja de antimonio, Rojo Permanente 4R, Rojo Para, Rojo Fuego, rojo de p-cloro-o-nitroanilina, Escarlata Rápido Lithol G, Escarlata Rápido Brillante, Carmín Brillante BS, ROJO PERMANENTE (F2R, F4R, FRL, FRL y F4RH), Escarlata Rápido VD, VULCAN FAST RUBINE B, Escarlata Brillante G, LITHOL RUBINE GX, Rojo Permanente F5R, Carmín Brillante 6B, Pigmento Escarlata 3B, Burdeos 5B, Granate de Toluidina, BURDEOS PERMANENTE F2K, BURDEOS HELIO BL, Burdeos 10B, BON GRANATE LIGERO, BON GRANATE

50

55 MEDIO, Laca de Eosina, Laca de Rodamina B, Laca de Rodamina Y, Laca de Alizarina, Rojo Tioíndigo B, Granate de Tioíndigo, Rojo Aceite, Rojo de Quinacridona, Rojo de Pirazolona, rojo de poliazó, Bermellón de Cromo, Naranja de Bencidina, naranja de perinona, Naranja de Aceite, azul cobalto, azul cerúleo, Laca de Azul Alcalino, Laca de Azul Pavo Real, Laca de Azul Victoria, Azul de Ftalocianina libre de metal, Azul de Ftalocianina, Azul Cielo Rápido, AZUL INDANTRENO (RS y BC), Índigo, ultramarino, azul de Prusia, Azul de Antraquinona, Violeta Rápido B, Laca de Violeta de Metilo, violeta de cobalto, violeta de manganeso, violeta de dioxano, Violeta de Antraquinona, Verde de Cromo, verde de zinc, óxido de cromo, viridián, verde esmeralda, Pigmento Verde B, Naftol Verde B, Verde Oro, Laca de Verde Ácido, Laca de Verde Malaquita, Verde de Ftalocianina, Verde de Antraquinona, óxido de titanio, óxido de zinc, litozona, etc. Dos o más de tales colorantes pueden usarse en combinación. El contenido del colorante en el tóner es preferiblemente de 1 a 15% en peso, y más preferiblemente de 3 a 10% en peso.

60

65

El colorante puede combinarse con una resina que va a usarse como una mezcla madre. Ejemplos específicos de resina utilizable para la mezcla madre incluyen, pero sin limitarse a, poliésteres, polímeros de estireno o derivados de estireno (por ejemplo, poliestireno, poli-p-cloroestireno, polivinil tolueno), copolímeros a base de estireno (por ejemplo, copolímero de estireno - p-cloroestireno, copolímero de estireno - propileno, copolímero de estireno - 5 viniltolueno, copolímero de estireno - vinilnaftaleno, copolímero de estireno - acrilato de metilo, copolímero de estireno - acrilato de etilo, copolímero de estireno - acrilato de butilo, copolímero de estireno - acrilato de octilo, copolímero de estireno - metacrilato de metilo, copolímero de estireno - metacrilato de etilo, copolímero de estireno - metacrilato de butilo, copolímero de estireno - α -clorometacrilato de metilo, copolímero de estireno - acrilonitrilo, copolímero de estireno - vinil metil cetona, copolímero de estireno - butadieno, copolímero de estireno - isopreno, 10 copolímero de estireno - acrilonitrilo - indeno, copolímero de estireno - ácido maleico, copolímero de estireno - maleato), poli(metacrilato de metilo), poli(metacrilato de butilo), poli(cloruro de vinilo), poli(acetato de vinilo), polietileno, polipropileno, resina epoxídica, resina de polioli epoxídica, poliuretano, poliamida, polivinil butiral, poli(ácido acrílico), colofonia, colofonia modificada, resina de terpeno, resina de hidrocarburo alifático o alicíclico, resina de petróleo aromática, parafina clorada, y cera de parafina. Dos o más de tales resinas pueden usarse en 15 combinación.

Las mezclas madre pueden prepararse mediante el mezclado de una de más de las resinas tal como se ha mencionado en lo que antecede y el colorante tal como se ha mencionado en lo que antecede y el amasado de la 20 mezcla al tiempo que se aplica una fuerza de alta cizalla a la misma. En este caso, un disolvente orgánico puede añadirse para aumentar la interacción entre el colorante y la resina. Además, un método de descarga en el que una pasta acuosa que incluye un colorante y agua se mezcla con una resina que está disuelta en un disolvente orgánico y se amasa de tal modo que el colorante se transfiere al lado de resina (es decir, la fase oleosa) y, a continuación, el disolvente orgánico (y agua, si así se desea) se retira, puede usarse preferiblemente debido a que la torta húmeda resultante puede usarse tal cual está sin secarse. Cuando se realiza el proceso de mezclado y de amasado, pueden 25 usarse preferiblemente unos dispositivos de dispersión capaces de aplicar una fuerza de alta cizalla tal como molinos de tres cilindros.

El tóner puede incluir adicionalmente un agente de liberación. Los agentes de liberación adecuados incluyen ceras que tienen un punto de fusión de 50 a 120 °C. Una cera de este tipo funciona de forma eficaz como un agente de 30 liberación entre un rodillo de fijación y una partícula de tóner para evitar la aparición de offset de alta temperatura sin aplicar aceite al rodillo de fijación.

El punto de fusión de una cera puede determinarse mediante la medición de un pico endotérmico máximo usando un 35 calorímetro diferencial de barrido tal como el sistema de TG-DSC TAS-100 (de Rigaku Corporation).

Materiales preferidos específicos para el agente de liberación incluyen, pero sin limitarse a, ceras naturales tales como ceras vegetales (por ejemplo, cera de carnauba, cera de algodón, cera de zumaque, cera de arroz), ceras animales (por ejemplo, cera de abeja, lanolina), ceras minerales (por ejemplo, ozoquerita, ceresina), y ceras de 40 petróleo (por ejemplo, parafina, microcristalina, petrolato); ceras de hidrocarburo sintético (por ejemplo, cera de Fischer-Tropsch, cera de polietileno); y ceras sintéticas (por ejemplo, éster, cetona, éter).

Adicionalmente, los siguientes polímeros cristalinos también son adecuados para el agente de liberación: amidas de 45 ácido graso (por ejemplo, amida de ácido 1,2-hidroxisteárico, amida de ácido esteárico, imida de anhídrido ftálico, hidrocarburo clorado); y polímeros cristalinos de bajo peso molecular tales como homopolímeros o copolímeros de poli(acrilatos (por ejemplo, polimetacrilato de n-estearilo, polimetacrilato de n-laurilo, copolímero de acrilato de n-estearilo - metacrilato de etilo) que tienen un grupo lateral alquilo de cadena larga.

El tóner puede incluir adicionalmente un agente de control de carga. Ejemplos específicos de agente de control de 50 carga utilizable incluyen, pero sin limitarse a, tintes de Nigrosina, tintes de trifenilmetano, tintes de complejos de metal que incluyen cromo, pigmentos de quelato de ácido molíbdico, tintes de Rodamina, alcoxiaminas, sales de amonio cuaternario (incluyendo sales de amonio cuaternario modificadas con flúor), alquilamidas, fósforo y compuestos que contienen fósforo, wolframio y compuestos que contienen wolframio, activadores de flúor, sales de metal de ácido salicílico, y sales de metal de derivados de ácido salicílico.

Ejemplos específicos de agentes de control de carga comercialmente disponibles incluyen, pero sin limitarse a, 55 BONTRON® N-03 (tintes de Nigrosina), BONTRON® P-51 (sal de amonio cuaternario), BONTRON® S-34 (tinte de azo que contiene metal), BONTRON® E-82 (complejo de metal de ácido oxinaftoico), BONTRON® E-84 (complejo de metal de ácido salicílico), y BONTRON® E-89 (producto de condensación fenólica), que son fabricados por Orient Chemical Industries Co., Ltd; TP-302 y TP-415 (complejo de molibdeno de sal de amonio cuaternario), que son fabricados por Hodogaya Chemical Co, Ltd.; COPY CHARGE® PSY VP2038 (sal de amonio cuaternario), AZUL COPY® PR (derivado de trifenil metano), COPY CHARGE® NEG VP2036 y COPY CHARGE® NX VP434 (sal de amonio cuaternario), que son fabricados por Hoechst AG; LRA-901, y LR-147 (complejo de boro), que son 60 fabricados por Japan Carlit Co, Ltd; ftalocianina de cobre, perileno, quinacridona, pigmentos de azo, y polímeros que tienen un grupo funcional tal como un grupo sulfonato, un grupo carboxilo, y un grupo amonio cuaternario.

65

El contenido del agente de control de carga es preferiblemente de 01 a 10 partes en peso, más preferiblemente de 0 2 a 5 partes en peso, sobre la base de 100 partes en peso de la resina aglutinante. Cuando el contenido de agente de control de carga es demasiado grande, el tóner puede estar excesivamente cargado y ser electrostáticamente atraído a un rodillo de revelado, dando como resultado una fluidez pobre del tóner y una baja densidad de imagen.

5 El agente de control de carga puede mezclarse directamente con la resina aglutinante o la mezcla madre, o añadirse al líquido de componentes de tóner. Como alternativa, el agente de control de carga puede fijarse sobre la superficie del tóner.

10 El tóner puede incluir adicionalmente un aditivo externo sobre la superficie del mismo para mejorar la fluidez, la susceptibilidad de revelado y la susceptibilidad de carga.

15 Materiales preferidos específicos adecuados para el aditivo externo incluyen materiales inorgánicos particulados. Los materiales inorgánicos particulados preferiblemente tienen un diámetro primario de 5 nm a 2 µm, y más preferiblemente de 5 nm a 500 µm Los materiales inorgánicos particulados preferiblemente tienen un área superficial específica de BET de 20 a 500 m² / g.

20 El contenido del material inorgánico particulado es preferiblemente de 0 01 a 5% en peso, más preferiblemente de 0,01 a 2 0% en peso, sobre la base del tóner.

25 Ejemplos específicos de materiales inorgánicos particulados utilizables incluyen, pero sin limitarse a, sílice, alúmina, óxido de titanio, titanato de bario, titanato de magnesio, titanato de calcio, titanato de estroncio, óxido de zinc, óxido de estaño, arena de cuarzo, arcilla, mica, arena-cal, tierra de diatomeas, óxido de cromo, óxido de cerio, óxido de hierro rojo, trióxido de antimonio, óxido de magnesio, óxido de zirconio, sulfato de bario, carbonato de bario, carbonato de calcio, carburo de silicio y nitruro de silicio.

30 Adicionalmente, partículas de polímeros que se preparan mediante polimerización de emulsión libre de jabón, polimerización de suspensión, o polimerización de dispersión (por ejemplo, poliestireno, copolímeros de metacrilatos o acrilatos), polímeros de policondensación (por ejemplo, silicona, benzoguanamina, nailon), y resinas termoestables también son utilizables como el aditivo externo.

35 El aditivo externo puede someterse a un tratamiento superficial con un agente de hidrofobización de tal modo que puede que la fluidez y la susceptibilidad de carga del tóner no se deteriore incluso bajo unas condiciones de alta humedad. Ejemplos específicos de agentes de hidrofobización utilizables incluyen, pero sin limitarse a, agentes de acoplamiento de silano, agentes de sililación, agentes de acoplamiento de silano que tienen un grupo alquilo fluorado, agentes de acoplamiento de titanato orgánicos, agentes de acoplamiento de aluminio, aceites de silicona, y aceites de silicona modificados.

40 El tóner puede incluir adicionalmente un agente de mejoramiento de susceptibilidad de limpieza con el fin de poder retirarse con facilidad de un fotorreceptor o un medio de transferencia primaria cuando queda sobre el mismo después de la transferencia de imagen. Materiales preferidos específicos adecuados para el agente de mejoramiento de susceptibilidad de limpieza incluyen, pero sin limitarse a, sales de metal de ácidos grasos (por ejemplo, estearato de zinc, estearato de calcio), y partículas finas de polímeros que se preparan mediante polimerización de emulsión libre de jabón (por ejemplo, poli(metacrilato de metilo), poliestireno) Tales partículas finas de polímeros preferiblemente tienen una distribución de tamaños estrecha y un diámetro de partícula promedio en volumen de 0,01 a 1 µm.

50 Tal como se ha descrito en lo que antecede, el tóner puede ser obtenible mediante la dispersión de una fase oleosa que comprende un disolvente orgánico, el colorante, la resina de poliéster cristalina, y la resina de poliéster amorfa, en un medio acuoso para preparar una dispersión O / W, y la retirada del disolvente orgánico de la dispersión O / W.

55 Como alternativa, el tóner puede ser obtenible mediante la dispersión de una fase oleosa en un medio acuoso que contiene un dispersante de partículas para preparar una dispersión O / W, comprendiendo la fase oleosa un disolvente orgánico, el colorante, la resina de poliéster cristalina, la resina de poliéster sin modificar, un precursor de la resina de poliéster modificada, y un compuesto capaz de alargarse y / o reticularse con el precursor; el alargamiento y / o la reticulación del compuesto con el precursor en la dispersión O / W; y la retirada del disolvente orgánico de la dispersión O / W.

60 Puede hacerse referencia en lo sucesivo en el presente documento a la fase oleosa como "líquido de componentes de tóner" Puede hacerse referencia en lo sucesivo en el presente documento a la dispersión O / W como "emulsión".

El medio acuoso puede ser, por ejemplo, solo agua o una mezcla de agua con un disolvente miscible en agua.

65 Ejemplos específicos de los disolventes miscibles en agua utilizables incluyen, pero sin limitarse a, alcoholes (por ejemplo, metanol, isopropanol, etilen glicol), dimetilformamida, tetrahidrofurano, cellosolves (por ejemplo, metil cellosolve), y cetonas inferiores (por ejemplo, acetona, metil etil cetona).

Los componentes de tóner, tal como un colorante, un agente de liberación, un agente de control de carga, la resina de poliéster cristalina, la resina de poliéster amorfa, la resina de poliéster sin modificar, y un precursor de la resina de poliéster modificada, pueden mezclarse en el momento en el que estos se añaden al medio acuoso. No obstante, es más preferible que los componentes de tóner se mezclen previamente entre sí, y la mezcla resultante se añada al medio acuoso.

El colorante, el agente de liberación, y el agente de control de carga no se mezclan necesariamente con otros componentes de tóner en el momento en el que estos se añaden al medio acuoso, y pueden añadirse a las partículas resultantes. Como alternativa, las partículas resultantes pueden teñirse con un colorante.

El líquido de componentes de tóner se dispersa en el medio acuoso usando un dispersador de cizalla de baja velocidad, un dispersador de cizalla de alta velocidad, un dispersador de fricción, un dispersador de chorro de alta presión, o un dispersador ultrasónico, por ejemplo. Un dispersador de cizalla de alta velocidad es preferible para controlar el diámetro de partícula de las gotitas de aceite de dispersión en de 2 a 20 µm.

Al igual que para el dispersador de cizalla de alta velocidad, las revoluciones son preferiblemente de 1.000 a 30.000 rpm, y más preferiblemente de 5.000 a 20.000 rpm. El tiempo de dispersión es preferiblemente de 0,1 a 60 minutos. La temperatura de dispersión es preferiblemente de 0 a 80 °C (bajo presión), y más preferiblemente de 10 a 40 °C.

La cantidad del medio acuoso es preferiblemente de 100 a 1.000 partes en peso sobre la base de 100 partes en peso de los componentes de tóner. Cuando la cantidad del medio acuoso es demasiado pequeña, puede que los componentes de tóner no se dispersen finamente en el mismo y, por lo tanto, puede que el tóner resultante no tenga un tamaño de partícula deseado. Cuando la cantidad del medio acuoso es demasiado grande, puede aumentar el coste de fabricación.

El medio acuoso puede contener un dispersante. El dispersante estrecha la distribución de tamaños del tóner resultante y estabiliza la dispersión.

Para hacer que el prepolímero de poliéster reaccione con el compuesto que tiene un grupo hidrógeno activo, el compuesto que tiene un grupo hidrógeno activo puede mezclarse con los componentes de tóner que incluyen el prepolímero de poliéster antes de que estos se añadan al medio acuoso. Como alternativa, el compuesto que tiene un grupo hidrógeno activo puede añadirse al medio acuoso después de que los componentes de tóner que incluyen el prepolímero de poliéster se hayan dispersado en el mismo. En este último caso, la resina de poliéster modificada con urea resultante se forma de forma predominante en la superficie de las partículas de tóner, generando un gradiente de concentración de uniones de urea dentro de la partícula de tóner.

El medio acuoso puede contener un dispersante para emulsionar o dispersar de forma fiable el líquido de componentes de tóner (es decir, la fase oleosa) en el medio acuoso. Ejemplos específicos de dispersantes utilizables incluyen, pero sin limitarse a, tensioactivos aniónicos (por ejemplo, alquilbenceno sulfonato, α -olefina sulfonato, fosfato), tensioactivos catiónicos de tipo sal de amina (por ejemplo, sales de alquilamina, derivados de ácidos grasos de amino alcohol, imidazolina), tensioactivos catiónicos de tipo sal de amonio cuaternario (por ejemplo, sal de alquil trimetil amonio, sal de dialquil dimetil amonio, sal de alquil dimetil bencil amonio, sal de piridinio, sal de alquil isoquinolinio, cloruro de benetonio), tensioactivos no iónicos (por ejemplo, derivados de amidas de ácido graso, derivados de poliol), y tensioactivos anfólicos (por ejemplo, alanina, dodecil di(aminoetil) glicina, di(octil aminoetil) glicina, N-alquil-N,N-dimetil amonio betaína).

También son utilizables tensioactivos que tienen un grupo fluoroalquilo. Ejemplos específicos de tensioactivos aniónicos que tienen un grupo fluoroalquilo incluyen, pero sin limitarse a, ácidos fluoroalquil carboxílicos que tienen de 2 a 10 átomos de carbono y sales de metal de los mismos, ácido perfluorooctano sulfonil glutámico disódico, ácido 3-[ω -fluoroalquil(C6-C11)oxil-1-alquil(C3-C4) sulfónico sódico, ácido 3-[ω -fluoroalcanoil(C6-C8)-N-etilamino]-1-propano sulfónico sódico, ácidos fluoroalquil(C11-C20) carboxílicos y sales de metal de los mismos, ácidos perfluoroalquil(C7-C13) carboxílicos y sales de metal de los mismos, ácidos perfluoroalquil(C4-C12) sulfónicos y sales de metal de los mismos, dimetanol amida de ácido perfluorooctano sulfónico, N-propil-N-(2-hidroxietil) perfluorooctano sulfonamida, sales de propil trimetil amonio de perfluoroalquil(C6-C10) sulfonamida, sales de perfluoroalquil(C6-C10)-N-etil sulfonil glicina, y fosfatos de monoperfluoroalquil(C6-C16) etilo.

Ejemplos específicos de tales tensioactivos aniónicos comercialmente disponibles que tienen un grupo fluoroalquilo incluyen, pero sin limitarse a, SURFLON® S-111, S-112, y S-113 (de AGC Seimi Chemical Co, Ltd.); FLURAD™ FC-93, FC-95, FC-98, y FC-129 (de Sumitomo 3M); UNIDYNE™ DS-101 y DS-102 (de Daikin Industries, Ltd); MEGAFACE F-110, F-120, F-113, F-191, F-812, y F-833 (de DIC Corporation); EFTOP EF-102, 103, 104, 105.112, 123A, 123B, 306A, 501, 201, y 204 (de Mitsubishi Materials Electronic Chemicals Co, Ltd.); y FTERGENT F-1 00 y F-150 (de Neos Company Limited).

Ejemplos específicos de tensioactivos catiónicos que tienen un grupo fluoroalquilo incluyen, pero sin limitarse a, aminoácidos primarios, secundarios y terciarios alifáticos que tienen un grupo fluoroalquilo; y sales de amonio cuaternario alifáticas tales como sales de propil trimetil amonio de perfluoroalquil(C6-C10) sulfonamida, sales de

benzalconio, cloruros de bencetonio, sales de piridinio, y sales de imidazolinio.

5 Ejemplos específicos de tales tensioactivos catiónicos comercialmente disponibles que tienen un grupo fluoroalquilo incluyen, pero sin limitarse a, SURFLON® S-121 (de AGC Seimi Chemical Co., Ltd); FLUORAD™ FC-135 (de Sumitomo 3M); UNIDYNE™ DS-202 (de Daikin Industries, Ltd.); MEGAFACE F-150 y F-824 (de DIC Corporation); EFTOP EF-132 (de Mitsubishi Materials Electronic Chemicals Co., Ltd.); y FTERGENT F-300 (de Neos Company Limited).

10 También son utilizables compuestos inorgánicos, tales como fosfato de tricalcio, carbonato de calcio, óxido de titanio, sílice coloidal, e hidroxapatita, como el dispersante.

Adicionalmente, coloides de protección polimérica también son utilizables con el fin de estabilizar más las gotitas de aceite de dispersión.

15 Ejemplos específicos de los coloides de protección polimérica utilizables incluyen, pero sin limitarse a, homopolímeros y copolímeros que se obtienen a partir de monómeros, tal como monómeros de ácido (por ejemplo, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido α -cianoacrílico, ácido α -cianometacrílico, ácido itacónico, ácido crotónico, ácido fumárico, ácido maleico, anhídrido maleico), monómeros de acrilato y de metacrilato que tienen grupo hidroxilo (por ejemplo, acrilato de β -hidroxietilo, metacrilato de β -hidroxietilo, acrilato de β -hidroxipropilo, metacrilato de β -hidroxipropilo, acrilato de γ -hidroxipropilo, metacrilato de γ -hidroxipropilo, acrilato de 3-cloro-2-hidroxipropilo, metacrilato de 3-cloro-2-hidroxipropilo, monoacrilato de dietilen glicol, monometacrilato de dietilen glicol, monoacrilato de glicerina, monometacrilato de glicerina, N-metilol acrilamida, N-metilol metacrilamida), monómeros de vinil éter (por ejemplo, vinil metil éter, vinil etil éter, vinil propil éter), monómeros de carboxilato de vinilo (por ejemplo, acetato de vinilo, propionato de vinilo, butirato de vinilo), monómeros de amida (por ejemplo, acrilamida, metacrilamida, diacetona acrilamida) y compuestos de metilol de los mismos, monómeros de cloruro de ácido (por ejemplo, cloruro de ácido acrílico, cloruro de ácido metacrílico), y / o monómeros que contienen nitrógeno o un anillo heterocíclico que contiene nitrógeno (por ejemplo, vinil piridina, vinil pirrolidona, vinil imidazol, etilen imina); resinas a base de polioxietileno (por ejemplo, polioxietileno, polioxipropileno, polioxietileno alquil amina, polioxipropileno alquil amina, polioxietileno alquil amida, polioxipropileno alquil amida, polioxietileno nonil fenil éter, polioxietileno lauril fenil éter, éster polioxietileno estearil fenílico, éster polioxietileno nonil fenílico); y celulosas (por ejemplo, metil celulosa, hidroxietil celulosa, hidroxipropil celulosa).

20

25

30

En un caso en el que un compuesto soluble en ácido o soluble en álcali (por ejemplo, fosfato de calcio) se usa como el dispersante, preferiblemente, las partículas de tóner resultantes en primer lugar se lavan con un ácido (por ejemplo, ácido clorhídrico) o un álcali y, a continuación, se lavan con agua. Como alternativa, un dispersante de este tipo puede retirarse con una enzima.

35

El dispersante puede permanecer sobre la superficie del tóner resultante. No obstante, es preferible que el dispersante se lave o se retire después de la terminación de la reacción de alargamiento y / o de reticulación, en términos de la susceptibilidad de carga del tóner.

40

Para reducir adicionalmente la viscosidad del líquido de componentes de tóner para obtener unas partículas de tóner con una distribución de tamaños más estrecha, son preferibles los disolventes que pueden disolver la resina de poliéster modificada que se produce a partir del prepolímero de poliéster.

45

Más preferiblemente, los disolventes son volátiles y tienen un punto de ebullición de menos de 100 °C, debido a que tales disolventes pueden retirarse con facilidad.

50 Ejemplos específicos de tales disolventes incluyen, pero sin limitarse a, tolueno, xileno, benceno, tetracloruro de carbono, cloruro de metileno, 1,2-dicloroetano, 1,1,2-tricloroetano, tricloroetileno, cloroformo, monoclorobenceno, dicloroetilideno, acetato de metilo, acetato de etilo, metil etil cetona, y metil isobutil cetona. Dos o más de estos disolventes pueden usarse en combinación.

55 De entre estos disolventes, son preferibles los disolventes aromáticos (por ejemplo, tolueno, xileno) e hidrocarburos halogenados (por ejemplo, cloruro de metileno, 1,2-dicloroetano, cloroformo, tetracloruro de carbono).

La cantidad usada del disolvente es preferiblemente de 0 a 300 partes en peso, más preferiblemente de 0 a 100 partes en peso, y lo más preferiblemente de 25 a 70 partes en peso, sobre la base de 100 partes en peso del prepolímero de poliéster. El disolvente se retira mediante la aplicación de calor a unas presiones normales o reducidas después de la terminación de la reacción de alargamiento y / o de reticulación.

60

El tiempo de reacción de alargamiento y / o de reticulación entre el prepolímero de poliéster y el compuesto que tiene un grupo hidrógeno activo es preferiblemente de 10 minutos a 40 horas, y más preferiblemente de 30 minutos a 24 horas. La temperatura de reacción es preferiblemente de 0 a 100 °C, y más preferiblemente de 10 a 50 °C. Puede usarse un catalizador (por ejemplo, aminas terciarias tales como trietilamina, imidazol), si es necesario.

65

El disolvente puede retirarse de la emulsión al calentar de forma gradual la emulsión para evaporar por completo el disolvente de las gotitas de líquido. Como alternativa, el disolvente puede retirarse de la emulsión mediante la pulverización de la emulsión en una atmósfera seca para evaporar por completo el disolvente de las gotitas de líquido. En este último caso, también pueden evaporarse dispersantes acuosos, de haber alguno.

5 La atmósfera seca en la que se pulveriza la emulsión puede ser, por ejemplo, aire, gas nitrógeno, gas dióxido de carbono o gas de combustión, que se calienta por encima del punto de ebullición máximo de entre los disolventes. Un tratamiento de este tipo puede realizarse de forma fiable mediante un secador de pulverización, un secador de cinta, o un horno giratorio, dentro de un corto periodo de tiempo.

10 En un caso en el que la emulsión se somete a tratamientos de lavado y de secado al tiempo que contiene unas partículas de tóner que tienen una distribución de tamaños amplia, las partículas de tóner se someten preferiblemente a un tratamiento de clasificación.

15 Específicamente, el tratamiento de clasificación retira las partículas de tamaño no deseado de las partículas resultantes en un líquido mediante un ciclón, un decantador, o un separador centrífugo. Por supuesto, el tratamiento de clasificación puede realizarse después del secado de las partículas resultantes, pero se realiza de forma más eficaz en un líquido. Las partículas de tamaño no deseado recogidas, en un estado o bien seco o bien húmedo, pueden volver a usarse para la preparación de partículas de tóner.

20 El dispersante se retira preferiblemente en el proceso del tratamiento de clasificación.

Las partículas de tóner secadas se mezclan de forma opcional con partículas finas de un agente de liberación, un agente de control de carga, un fluidizador, y / o un colorante, y estas partículas finas pueden adherirse de forma fija a las superficies de las partículas de tóner mediante la aplicación de una fuerza de impulsión mecánica.

Puede aplicarse una fuerza de impulsión mecánica mediante la agitación de partículas de tóner usando unas palas que rotan a alta velocidad, o acelerando partículas de tóner mediante un flujo de aire de alta velocidad para que colisionen con una placa de colisión.

30 Un tratamiento de este tipo puede realizarse mediante un MOLINO ONG (de Hosokawa Micron Co., Ltd.), un MOLINO de TIPO I modificado en el que la presión de aire de pulverización se reduce (de Nippon Pneumatic Mfg, Co, Ltd), un SISTEMA DE HIBRIDIZACIÓN (de Nara Machine Co, Ltd), un SISTEMA KRYPTON (de Kawasaki Heavy Industries, Ltd), o un mortero automático.

35 En la presente memoria descriptiva, los índices de hidroxilo pueden medirse basándose en un método de acuerdo con JIS K0070-1966 tal como sigue:

40 En primer lugar, 0.5 g de una muestra se pesan con precisión en un matraz de medición de 100 ml, y 5 ml de un reactivo de acetilación se añaden adicionalmente al matraz.

El matraz se calienta en un baño caliente a 100 ± 5 °C durante de 1 a 2 horas, seguido por un enfriamiento fuera del baño caliente. Se añade agua al matraz y el matraz se agita de tal modo que el anhídrido acético producido se descompone.

45 Posteriormente, para descomponer por completo el anhídrido acético, el matraz se recalienta en el baño caliente durante por lo menos 10 minutos, seguido por un enfriamiento, y la superficie de pared interior del matraz se lava con un disolvente orgánico.

50 El contenido en el matraz se somete a una medición de índice de hidroxilo usando un titulador potenciométrico automático DL-53 TITRATOR y un electrodo DG113-SC (ambos de Mettler-Toledo International Inc) a 23 °C. Los resultados de medición se analizan con un programa de soporte lógico de análisis LabX Light Versión 1.00.000. El titulador se calibra con un disolvente mezclado de 120 ml de tolueno y 30 ml de etanol.

55 Los ajustes de medición detallados son tal como sigue

	Agitación		
	Velocidad [%]	25	
	Tiempo [s]	15	
60	Titulación de EQP		
	Agente de titulación / Sensor		
	Agente de titulación CH3ONa		
	Concentración [mol / l]	0.1	
	Sensor DG115		
65	Unidad de medición	mV	
	Predispensación hasta volumen		

ES 2 553 252 T3

		Volumen [ml]	1 0	
		Tiempo de espera [s]	0	
		Dinámica de adición de agente de titulación		
		dE (ajuste) [mV]	8 0	
5		dV (mín) [ml]	0 03	
		dV (máx) [ml]	0 5	
		Modo de medida Equilibrio controlado		
		dE [mV]	05	
		dt [s]	1 0	
10		t (mín) [s]	20	
		t (máx) [s]	20 0	
		Reconocimiento		
		Umbral	100 0	
		Solo salto más inclinado		No
15		Intervalo	No	
		Tendencia	Ninguna	
		Terminación		
		en el volumen máximo [ml]		10 0
		en el potencial	No	
20		en la pendiente	No	
		después del número de EQP		Sí
		n = 1		
		condición de terminación comb		No
		Evaluación		
25		Procedimiento	Convencional	
		Potencial 1	No	
		Potencial 2	No	
		Parada para reevaluación	No	

30 En la presente memoria descriptiva, los índices de acidez se miden basándose en un método de acuerdo con JIS K0070-1992 tal como sigue:

35 En primer lugar, 0 5 g de una muestra se añaden a 120 ml de tolueno, y la mezcla resultante se agita durante aproximadamente 10 horas a 23 °C de tal modo que la muestra se disuelve en el tolueno, seguido por la adición de 30 ml de etanol. De este modo, se prepara una solución de la muestra. En el caso de que la muestra no se disuelva, puede añadirse dioxano o tetrahidrofurano.

40 La solución de la muestra se titula con una solución de alcohol 0 1 N de hidróxido de potasio usando un titulador potenciométrico automático DL-53 TITRATOR y un electrodo DG113-SC (ambos de Mettler-Toledo International Inc) a 23 °C. Los resultados de medición se analizan con un programa de soporte lógico de análisis LabX Light Versión 1 00 000. El titulador se calibra con un disolvente mezclado de 120 ml de tolueno y 30 ml de etanol.

Los ajustes de medición detallados son los mismos que los de la medición del índice de hidroxilo.

45 El índice de acidez se calcula a partir de la siguiente ecuación:

$$AV \text{ (mg KOH / g)} = X \times N \times 56,1 / W$$

50 en la que X representa un título (ml), N representa el factor de la solución de alcohol 0,1 N de hidróxido de potasio, y W representa el peso de la muestra.

55 El índice de acidez del tóner es atribuible a la existencia de grupos carboxilo terminal en la resina de poliéster sin modificar, y representa la susceptibilidad de fijación a baja temperatura y la resistencia de offset en caliente. Preferiblemente, el tóner tiene un índice de acidez de 05 a 40 KOH mg / g para tener una susceptibilidad de fijación a baja temperatura y una resistencia de offset en caliente apropiadas.

60 Cuando el índice de acidez es demasiado grande, esto quiere decir que la reacción de alargamiento y / o de reticulación del prepolímero se ha experimentado de forma insuficiente, dando como resultado una resistencia de offset en caliente pobre. Cuando el índice de acidez es demasiado pequeño, esto quiere decir que la reacción de alargamiento y / o de reticulación del prepolímero se ha experimentado de forma excesiva, dando como resultado una pobre estabilidad de fabricación.

65 Las temperaturas de pico endotérmicas y las temperaturas de hombro endotérmicas de las resinas y los tóneres que se han descrito en lo que antecede pueden medirse usando un sistema de calorímetro diferencial de barrido DSC-60 (Shimadzu Corporation).

La FIGURA muestra un diagrama calorimétrico diferencial de barrido (en lo sucesivo en el presente documento "DSC", *differential scanning calorimetric*) a modo de ejemplo de la resina de poliéster cristalina.

Las primeras temperaturas de hombro endotérmicas (T1-cs1) y (T2-cs1) y las segundas temperaturas de hombro endotérmicas (T1-cs2) y (T2-cs2) que se ilustran en la FIGURA se determinan mediante los siguientes procedimientos.

En primer lugar, aproximadamente 50 mg de una muestra están contenidos en un depósito de aluminio, y el depósito se pone sobre una unidad de soporte que va a disponerse en un horno eléctrico.

La muestra se calienta de 0 °C a 150 °C a una tasa de calentamiento de 10 °C/min bajo una atmósfera de nitrógeno, y posteriormente se enfría de 150 °C a 0 °C a una tasa de enfriamiento de 10 °C/min, seguido por un recalentamiento de 0 °C a 150 °C a una tasa de calentamiento de 10 °C/min, mientras que el sistema de calorímetro diferencial de barrido DSC-60 está midiendo curvas de DSC.

Un programa de soporte lógico de análisis en el DSC-60 analiza la primera y la segunda temperaturas de hombro endotérmicas (T1-cs1) y (T1-cs2) en la curva de DSC que se obtiene en el primer calentamiento, y la primera y la segunda temperaturas de hombro endotérmicas (T2-cs1) y (T2-cs2) en la curva de DSC que se obtiene en el segundo calentamiento. En general, la primera temperatura endotérmica es menor que la segunda temperatura endotérmica.

De forma similar, el programa de soporte lógico de análisis en el DSC-60 analiza las temperaturas de pico endotérmicas (T1-cp) y (T2-cp) en las curvas de DSC que se obtienen respectivamente en el primer y el segundo calentamiento.

Con respecto al tóner, la temperatura de hombro endotérmica (T1-ts1) que se determina a partir del primer calentamiento es preferiblemente de 45 a 65 °C, más preferiblemente de 50 a 60 °C con el fin de tener una susceptibilidad de fijación a baja temperatura, una estabilidad de almacenamiento termorresistente, y una alta durabilidad. Cuando (T1-ts1) es demasiado pequeña, el tóner puede dar lugar a un bloqueo en un dispositivo de revelado o de formación de película sobre un fotorreceptor. Cuando (T1-ts1) es demasiado grande, la susceptibilidad de fijación a baja temperatura del tóner puede ser pobre.

Adicionalmente, la temperatura de hombro endotérmica (T2-ts1) que se determina a partir del segundo calentamiento es preferiblemente de 20 a 40 °C. Cuando (T2-ts1) es demasiado pequeña, el tóner puede dar lugar a un bloqueo en un dispositivo de revelado o de formación de película sobre un fotorreceptor. Cuando (T2-ts1) es demasiado grande, la susceptibilidad de fijación a baja temperatura del tóner puede ser pobre.

Las distribuciones de diámetros de partícula del tóner pueden medirse con un instrumento COULTER COUNTER TA-11 o COULTER MULTISIZER II (ambos de Beckman Coulter, Inc).

En la presente memoria descriptiva, las distribuciones de diámetros de partícula se miden con un instrumento COULTER COUNTER TA-II que está conectado con una interfaz (del Instituto de la Unión Japonesa de Científicos e Ingenieros) y un ordenador personal PC9801 (de NEC Corporation) para calcular la distribución de tamaños de partícula en número y en volumen, tal como sigue:

En primer lugar, de 0.1 a 5 ml de un tensioactivo (preferiblemente un sulfonato de alquilbenceno) se incluyen en de 100 a 150 ml de un electrolito. El electrolito es una solución acuosa al 1% del cloruro de sodio de primer grado, por ejemplo, ISOTON-II (de Coulter Electronics Inc). A continuación de lo anterior, de 2 a 20 mg de una muestra se añaden al electrolito y se dispersan usando una máquina de dispersión ultrasónica durante aproximadamente de 1 a 3 minutos para preparar un líquido de suspensión de tóner. El peso y el número de partículas de tóner en el líquido de suspensión de tóner se miden mediante el instrumento anterior que está equipado con una abertura de 100 µm.

Los canales incluyen 13 canales tal como sigue: de 2.00 a menos de 2.52 µm; de 2.52 a menos de 3.17 µm; de 3.17 a menos de 4.00 µm; de 4.00 a menos de 5.04 µm; de 5.04 a menos de 6.35 µm; de 6.35 a menos de 8.00 µm; de 8.00 a menos de 10.08 µm; de 10.08 a menos de 12.70 µm; de 12.70 a menos de 16.00 µm; de 16.00 a menos de 20.20 µm; de 20.20 a menos de 25.40 µm; de 25.40 a menos de 32.00 µm; y de 32.00 a menos de 40.30 µm. Por consiguiente, se midieron unas partículas que tienen un diámetro de partícula de no menos de 2.00 µm a menos de 40.30 µm.

El tóner de acuerdo con la presente memoria descriptiva preferiblemente tiene un diámetro de partícula promedio en volumen de 3 a 7 µm, y la relación del diámetro de partícula promedio en volumen con respecto al diámetro de partícula promedio en número es preferiblemente 1.2 o menos. Adicionalmente, el tóner preferiblemente incluye unas partículas de tóner que tienen un diámetro de partícula de 2 µm o menos en una cantidad de 1 a 10% en número.

El tóner de acuerdo con la presente memoria descriptiva puede usarse tanto para un agente de revelado de un componente como para un agente de revelado de dos componentes.

5 El agente de revelado de dos componentes se prepara mediante el mezclado del tóner con un medio de soporte magnético. La relación en peso del tóner con respecto al medio de soporte es preferiblemente de 1 / 100 a 10 / 100.

El medio de soporte magnético puede ser un polvo de ferrita, un polvo de magnetita, o un medio de soporte de resina magnético, teniendo cada uno un diámetro de partícula de aproximadamente de 20 a 200 μm .

10 La superficie del medio de soporte magnético puede cubrirse con resinas tales como resinas de amino (por ejemplo, resina de urea - formaldehído, resina de melamina, resina de benzoguanamina, resina de urea, resina de poliamida, resina epoxídica), resinas de polivinilo o de polivinilideno (por ejemplo, resina acrílica, resina de poli(metacrilato de metilo), resina de poliacrilonitrilo, resina de poli(acetato de vinilo), resina de alcohol polivinílico, resina de polivinil butiral), resinas a base de poliestireno (por ejemplo, resina de poliestireno, resina de copolímero de estireno - acrílica), resinas de olefina halogenada (por ejemplo, poli(cloruro de vinilo)), resinas de poliéster (por ejemplo, resina de tereftalato de polietileno, resina de poli(tereftalato de butileno)), resinas de policarbonato, resinas de polietileno, resinas de poli(fluoruro de vinilo), resinas de poli(fluoruro de vinilideno), resinas de poli(trifluoroetileno), resinas de poli(hexafluoropropileno), copolímero de fluoruro de vinilideno - monómero acrílico, copolímero de fluoruro de vinilideno - fluoruro de vinilo, fluoroterpolímeros (por ejemplo, terpolímero de tetrafluoroetileno - fluoruro de vinilideno - monómero de no fluoruro), resinas de silicona, y resinas epoxídicas.

15 Las resinas anteriores pueden incluir polvos conductores. Ejemplos específicos de los polvos conductores utilizables incluyen, pero sin limitarse a, polvos de metal, negro de carbono, óxido de titanio, óxido de estaño, y óxido de zinc. Los polvos conductores preferiblemente tienen un diámetro promedio de 1 μm o menos. Cuando el diámetro promedio es demasiado grande, es difícil controlar la resistividad eléctrica.

25 El tóner de acuerdo con la presente memoria descriptiva es utilizable como un agente de revelado de un componente sin usar un medio de soporte.

30 Habiendo descrito en general la presente invención, puede obtenerse una comprensión adicional por referencia a determinados ejemplos específicos que se proporcionan en el presente documento solo para fines de ilustración y no se pretende que sean limitantes. En las descripciones en los siguientes ejemplos, los números representan unas relaciones en peso en partes, a menos que se especifique lo contrario.

35 Ejemplos

Ejemplo de Fabricación 1

(Preparación de resina de poliéster cristalina 1)

40 Un matraz de 4 bocas de 5 litros que está equipado con un tubo de entrada de nitrógeno, un tubo de eliminación de agua, un agitador, y un termopar se cargó con 2.300 g de 1,10-decanodiol, 2.530 g de 1,8-octanodiol, y 4,9 g de hidroquinona. La mezcla se sometió a reacción durante 10 horas a 180 °C, posteriormente durante 3 horas a 200 °C, y posteriormente 2 horas a 83 KPa. De este modo, se preparó una resina de poliéster cristalina 1.

45 Ejemplo de Fabricación 2

(Preparación de resina de poliéster cristalina 2)

50 Un matraz de 4 bocas de 5 litros que está equipado con un tubo de entrada de nitrógeno, un tubo de eliminación de agua, un agitador, y un termopar se cargó con 2.300 g de ácido 1,10-decanodioico, 2.530 g de 1,8-octanodiol, y 49 g de hidroquinona. La mezcla se sometió a reacción durante 5 horas a 170 °C, posteriormente durante 2 horas a 190 °C, y posteriormente 1 hora a 7,8 KPa. De este modo, se preparó una resina de poliéster cristalina 2.

55 Ejemplo de Fabricación 3

(Preparación de resina de poliéster cristalina 3)

60 Un matraz de 4 bocas de 5 litros que está equipado con un tubo de entrada de nitrógeno, un tubo de eliminación de agua, un agitador, y un termopar se cargó con 2.300 g de ácido 1,10-decanodioico, 2.530 g de 1,8-octanodiol, y 4,9 g de hidroquinona. La mezcla se sometió a reacción durante 10 horas a 180 °C, posteriormente durante 3 horas a 200 °C, y posteriormente 2 horas a 8,3 KPa. De este modo, se preparó una resina de poliéster cristalina 3.

Ejemplo de Fabricación 4

(Preparación de resina de poliéster cristalina 4)

- 5 Un matraz de 4 bocas de 5 litros que está equipado con un tubo de entrada de nitrógeno, un tubo de eliminación de agua, un agitador, y un termopar se cargó con 2.300 g de ácido 1,10-decanodioico, 2.530 g de 1,10-dodecanodiol, y 4 9 g de hidroquinona. La mezcla se sometió a reacción durante 10 horas a 180 °C, posteriormente durante 3 horas a 200 °C, y posteriormente 2 horas a 8 3 KPa De este modo, se preparó una resina de poliéster cristalina 4.

10 Ejemplo de Fabricación 5

(Preparación de resina de poliéster cristalina 5)

- 15 Un matraz de 4 bocas de 5 litros que está equipado con un tubo de entrada de nitrógeno, un tubo de eliminación de agua, un agitador, y un termopar se cargó con 2.160 g de ácido fumárico, 2.320 g de 1,6-hexanodiol, y 4 9 g de hidroquinona. La mezcla se sometió a reacción durante 10 horas a 180 °C, posteriormente durante 3 horas a 200 °C, y posteriormente 2 horas a 8 3 KPa De este modo, se preparó una resina de poliéster cristalina 5.

Ejemplo de Fabricación 6

20

(Preparación de resina de poliéster cristalina 6)

- 25 Un matraz de 4 bocas de 5 litros que está equipado con un tubo de entrada de nitrógeno, un tubo de eliminación de agua, un agitador, y un termopar se cargó con 2.320 g de ácido 1,10-adípico, 2.880 g de 1,8-pentanodiol, y 4 9 g de hidroquinona. La mezcla se sometió a reacción durante 10 horas a 180 °C, posteriormente durante 3 horas a 200 °C, y posteriormente 2 horas a 8 3 KPa De este modo, se preparó una resina de poliéster cristalina 6.

En la Tabla 1 se muestran propiedades de las resinas de poliéster cristalinas 1 a 6

Tabla 1

Resina de poliéster cristalina n.º	T2-cp (°C)	T2-cs1 (°C)	T2-cs2 (°C)	Pm	Mn	Pm / Mn
1	70	65	73	10.000	3.000	3,3
2	63	58	68	8.500	2.500	3,4
3	78	72	82	12.000	3.500	3,4
4	70	62	78	12.000	2.000	6,0
5	85	65	98	13.000	2.500	5,2
6	58	40	63	12.000	2.300	5,2

30

Ejemplo de Fabricación 7

(Preparación de resina de poliéster amorfa 1)

- 35 Un matraz de 4 bocas de 5 litros que está equipado con un tubo de entrada de nitrógeno, un tubo de eliminación de agua, un agitador, y un termopar se cargó con 229 partes de producto de adición 2 mol de óxido de etileno de bisfenol A, 529 partes de producto de adición 3 mol de óxido de propileno de bisfenol A, 100 partes de ácido isoftálico, 108 partes de ácido tereftálico, 46 partes de ácido adípico, y 2 partes de óxido de dibutilestaño, La mezcla se sometió a reacción durante 10 horas a 230 °C bajo una presión normal, y posteriormente durante 5 horas bajo presiones reducidas de 10 a 15 mmHg (de 1,3 a 2,0 kPa). Después de la adición de 30 partes de anhídrido trimelítico, la mezcla se sometió adicionalmente a reacción durante 3 horas a 180 °C bajo una presión normal. De este modo, se preparó una resina de poliéster amorfa 1.

- 45 La resina de poliéster amorfa 1 tenía un peso molecular promedio en número de 1.800, un peso molecular promedio en peso de 5.500, una temperatura de transición vítrea (Tg) de 50 °C, y un índice de acidez de 20 mg KOH / g.

Ejemplo de Fabricación 8

(Preparación de resinas de poliéster amorfas 2 a 4)

50

El procedimiento en el Ejemplo de Fabricación 7 para preparar la resina de poliéster amorfa 1 se repitió excepto por el cambio del tipo y la cantidad de componentes de alcohol y de ácido, la temperatura de reacción, el tiempo de reacción y / o la presión de reacción. De este modo, se prepararon las resinas de poliéster amorfas 2 a 4.

En la Tabla 2 se muestran propiedades de las resinas de poliéster amorfas 1 a 4:

Tabla 2

Resina de poliéster amorfa n.º	T2-n (°C)	Pm	Mn	Pm / Mn
1	50	5.500	1.800	3,1
2	43	4.500	1.500	3,0
3	66	8.500	2.700	3,1
4	56	6.200	2.100	3,0

Ejemplo de Fabricación 9

5

(Preparación de prepolímero de poliéster)

Un recipiente de reacción que está equipado con un condensador, un agitador, y un tubo de entrada de nitrógeno se cargó con 682 partes de producto de adición 2 mol de óxido de etileno de bisfenol A, 81 partes de producto de adición 2 mol de óxido de propileno de bisfenol A, 283 partes de ácido tereftálico, 22 partes de anhídrido trimelítico, y 2 partes de óxido de dibutilestano. La mezcla se sometió a reacción durante 8 horas a 230 °C bajo una presión normal, y posteriormente durante 5 horas bajo presiones reducidas de 10 a 15 mmHg (de 1,3 a 2,0 kPa). De este modo, se preparó un poliéster intermedio 1.

15 El poliéster intermedio 1 tenía un peso molecular promedio en número de 2.100, un peso molecular promedio en peso de 9.500, una temperatura de transición vítrea (Tg) de 55 °C, un índice de acidez de 0 5 mg KOH / g, y un índice de hidroxilo de 51 mg KOH / g.

20 Otro recipiente de reacción que está equipado con un condensador, un agitador, y un tubo de entrada de nitrógeno se cargó con 410 partes del poliéster intermedio 1, 89 partes de isoforona isocianato, y 500 partes de acetato de etilo. La mezcla se sometió a reacción durante 5 horas a 100 °C. De este modo, se preparó un prepolímero 1.

El prepolímero 1 incluyó isocianatos libres en una cantidad de 1 53%.

Ejemplo de Fabricación 10

(Preparación de quetimina)

30 Un recipiente de reacción que está equipado con un agitador y un termómetro se cargó con 170 partes de isoforonadiamina y 75 partes de metil etil cetona. La mezcla se sometió a reacción durante 5 horas a 50 °C. De este modo, se preparó un compuesto de quetimina 1.

El compuesto de quetimina 1 tenía un índice de amina de 418 mg KOH / g.

Ejemplo de Fabricación 11

(Preparación de mezcla madre)

40 En primer lugar, 1.200 partes de agua, 540 partes de un negro de carbono que tiene una absorción de aceite DBP de 42 ml / 100g y un pH de 95 (PRINTEX 35 de Degussa), y 1.200 partes de una resina de poliéster se mezclaron usando una MEZCLADORA HENSCHEL (de Mitsui Mining and Smelting Co, Ltd.). La mezcla resultante se amasó durante 30 minutos a 150 °C usando un cilindro doble, la mezcla amasada a continuación se laminó y se enfrió, y la mezcla laminada a continuación se pulverizó para dar partículas usando un pulverizador. De este modo, se preparó una mezcla madre 1.

45

Ejemplo de Fabricación 12

(Preparación de fase oleosa)

50 Un recipiente que está equipado con un agitador y un termómetro se cargó con 378 partes de la resina de poliéster amorfa 1, 110 partes de una cera de carnauba, 22 partes de un agente de control de carga (un complejo de metal de ácido salicílico BONTRON® E-84 de Orient Chemical Industries Co., Ltd.), y 947 partes de acetato de etilo. La mezcla se calentó a 80 °C a la vez que se agita, se mantuvo a 80 °C durante 5 horas y, a continuación, se enfrió a 30 °C a lo largo de un periodo de 1 hora. Además, 500 partes de la mezcla madre 1 y 500 partes de acetato de etilo se añadieron al recipiente, y la mezcla se agitó durante 1 hora. De este modo, se preparó un líquido de material en bruto 1.

55

A continuación, 1.324 partes del líquido de material en bruto a continuación se sometieron a un tratamiento de dispersión usando un molino de vidrio (ULTRAVISCOMILL (marca comercial) de Aimex Co, Lid.). Las condiciones de dispersión fueron tal como sigue:

- 5 Velocidad de alimentación de líquido: 1 kg / hora
 Velocidad periférica del disco: 6 m / s
 Medios de dispersión: perlas de zirconia con un diámetro de 0,5 mm
 Coeficiente de ocupación de las perlas: 80% en volumen
 Número de repeticiones de la operación de dispersión: 3 veces (3 pasadas)

10 Además, se añadieron 1.042,3 partes de una solución de acetato de etilo al 65% de la resina de poliéster amorfa 1, y la mezcla se sometió al tratamiento de dispersión anterior de nuevo excepto por el cambio del número de repeticiones de la operación de dispersión a 1 vez. De este modo, se preparó una dispersión de colorante - cera 1. La dispersión de colorante - cera 1 contenía componentes sólidos en una cantidad de 50% en peso.

15 Ejemplo de Fabricación 13

(Preparación de dispersiones de resina de poliéster cristalina)

20 Un depósito metálico de 2 litros se cargó con 100 g de la resina de poliéster cristalina 1 y 400 g de acetato de etilo. El depósito se calentó a 75 °C de tal modo que la resina de poliéster cristalina 1 se disolvió en el acetato de etilo, seguido por un enfriamiento rápido en un baño de agua helada a una tasa de enfriamiento de 27 °C / min. Después de la adición de 500 ml de perlas de vidrio que tienen un diámetro de 3 mm al depósito, la mezcla se sometió a pulverización durante 10 horas usando un molino de arena de tipo lote (de Kanpe Hapio Co, Ltd.). De este modo, se preparó una dispersión de resina de poliéster cristalina 1.

Las dispersiones de resina de poliéster cristalina 2 a 6 se prepararon de la misma forma excepto por la sustitución de la resina de poliéster cristalina 1 con las resinas de poliéster cristalinas 2 a 6, respectivamente.

30 Ejemplo de Fabricación 14

(Preparación de emulsión de resina particulada)

35 Un recipiente de reacción que está equipado con un agitador y un termómetro se cargó con 683 partes de agua, 11 partes de una sal de sodio de un sulfato de producto de adición de óxido de etileno de ácido metacrílico (ELEMNOL RS-30 de Sanyo Chemical Industries, Ltd), 138 partes de estireno, 138 partes de ácido metacrílico, y 1 parte de persulfato de amonio. La mezcla se agitó durante 15 minutos a unas revoluciones de 400 rpm, preparando de este modo una emulsión blanquecina. La emulsión a continuación se calentó a 75 °C y se sometió a reacción durante 5 horas. A continuación de lo anterior, 30 partes de una solución acuosa al 1% de persulfato de amonio se añadieron a la misma, y la mezcla resultante se envejeció durante 5 horas a 75 °C. De este modo, se preparó una dispersión acuosa de una resina de vinilo (es decir, a copolímero de estireno, ácido metacrílico, y una sal de sodio de un sulfato de producto de adición de óxido de etileno de ácido metacrílico). Esta dispersión se denominó en lo sucesivo en el presente documento como dispersión de resina particulada 1.

45 Las partículas de resina en la dispersión de resina particulada 1 tenían un diámetro de partícula promedio en volumen de 0,14 µm al medirse mediante un analizador de distribución de tamaños de partícula por difracción de láser LA-920 (de Horiba, Ltd.).

Ejemplo de Fabricación 15

50 (Preparación de medio acuoso)

55 Un medio acuoso se preparó mediante el mezclado y la agitación de 990 partes de agua, 83 partes de la dispersión de resina particulada 1, 37 partes de una solución acuosa al 48,5% de dodecil difenil éter disulfonato de sodio (MON-7 de Sanyo Chemical Industries, Ltd.), y 90 partes de acetato de etilo. De este modo, se preparó un medio acuoso 1, que era blanquecino.

Ejemplo 1

60 Ejemplo de Fabricación 16

(Emulsiónamiento y retirada de disolvente)

65 En primer lugar, 664 partes de la dispersión de colorante - cera 1, 109,4 partes del prepolímero 1, 73 9 partes de la dispersión de resina de poliéster cristalina 1, y 4,6 partes del compuesto de quetimina 1 estaban contenidas en un recipiente, y la mezcla se agitó durante 1 minuto a unas revoluciones de 5.000 rpm usando una TK HOMOMIXER

(de PRIMIX Corporation). Además, 1.200 partes del medio acuoso 1 se añadieron al recipiente, y la mezcla se agitó durante 20 minutos a unas revoluciones de 13.000 rpm usando la TK HOMOMIXER. De este modo, se preparó una pasta de emulsión 1.

- 5 La pasta de emulsión 1 estaba contenida en un recipiente que está equipado con un agitador y un termómetro, y se sometió a retirada de disolvente durante 8 horas a 30 °C, y a envejecimiento posterior durante 4 horas a 45 °C. De este modo, se preparó una pasta de dispersión 1.

(Lavado y secado)

- 10 En primer lugar, 100 partes de la pasta de dispersión 1 se filtraron bajo presiones reducidas, obteniendo de este modo una torta húmeda (i).

- 15 La torta húmeda (i) se mezcló con 100 partes de agua de intercambio de iones usando una TK HOMOMIXER durante 10 minutos a unas revoluciones de 12.000 rpm, seguido por filtración, obteniendo de este modo una torta húmeda (ii).

- 20 La torta húmeda (ii) se mezcló con 100 partes de una solución acuosa al 10% de hidróxido de sodio usando una TK HOMOMIXER durante 30 minutos a unas revoluciones de 12.000 rpm, seguido por filtración bajo presiones reducidas, obteniendo de este modo una torta húmeda (iii).

- 25 La torta húmeda (iii) se mezcló con 100 partes de un ácido clorhídrico al 10% usando una TK HOMOMIXER durante 10 minutos a unas revoluciones de 12.000 rpm, seguido por filtración, obteniendo de este modo una torta húmeda (iv).

- La torta húmeda (iv) se mezcló con 300 partes de agua de intercambio de iones usando una TK HOMOMIXER durante 10 minutos a unas revoluciones de 12.000 rpm, seguido por filtración. Esta operación se repitió dos veces, obteniendo de este modo una torta húmeda (v).

- 30 La torta húmeda (v) se secó mediante un secador durante 48 horas a 45 °C, y se filtró con una malla que tiene unas aberturas de 75 µm. De este modo, se preparó un tóner 1.

Ejemplo 2

- 35 El procedimiento en el Ejemplo 1 se repitió excepto por la sustitución de la dispersión de resina de poliéster cristalina 1 con la dispersión de resina de poliéster cristalina 2.

Ejemplo 3

- 40 El procedimiento en el Ejemplo 1 se repitió excepto por la sustitución de la dispersión de resina de poliéster cristalina 1 con la dispersión de resina de poliéster cristalina 3.

Ejemplo 4

- 45 El procedimiento en el Ejemplo 1 se repitió excepto por la sustitución de la dispersión de resina de poliéster cristalina 1 con la dispersión de resina de poliéster cristalina 4.

Ejemplo 5

- 50 El procedimiento en el Ejemplo 1 se repitió excepto por la sustitución de la resina de poliéster amorfa 1 con la resina de poliéster amorfa 2.

Ejemplo 6

- 55 El procedimiento en el Ejemplo 1 se repitió excepto por la sustitución de la resina de poliéster amorfa 1 con la resina de poliéster amorfa 3.

Ejemplo 7

- 60 El procedimiento en el Ejemplo 1 se repitió excepto por la sustitución de la resina de poliéster amorfa 1 con la resina de poliéster amorfa 4.

Ejemplo Comparativo 1

- 65 El procedimiento en el Ejemplo 1 se repitió excepto por que no se añadió resina de poliéster cristalina alguna.

Ejemplo Comparativo 2

El procedimiento en el Ejemplo 1 se repitió excepto por la sustitución de la dispersión de resina de poliéster cristalina 1 con la dispersión de resina de poliéster cristalina 5.

5

Ejemplo Comparativo 3

El procedimiento en el Ejemplo 1 se repitió excepto por la sustitución de la dispersión de resina de poliéster cristalina 1 con la dispersión de resina de poliéster cristalina 6.

10

Las composiciones de resina de los tóneres que se prepararon en los Ejemplos y los Ejemplos Comparativos se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3

	Resina de poliéster cristalina n.º	Resina de poliéster amorfa n.º
Ejemplo 1	1	1
Ejemplo 2	2	1
Ejemplo 3	3	1
Ejemplo 4	4	1
Ejemplo 5	1	2
Ejemplo 6	1	3
Ejemplo 7	1	4
Ejemplo Comparativo 1	-	1
Ejemplo Comparativo 2	5	1
Ejemplo Comparativo 3	6	1

15 Preparación de agentes de revelado

Cada uno de los tóneres que se han preparado en lo que antecede en una cantidad de 100 partes se mezcló con 0 7 partes de una sílice hidrofobizada y 0 3 partes de un óxido de titanio hidrofobizado usando una MEZCLADORA HENSCHTEL.

20

Además, 5% de cada uno de los tóneres que se han tratado en lo que antecede y 95% de un medio de soporte de ferrita de cobre - zinc cubierto con resina de silicona que tiene un diámetro de partícula promedio de 40 µm se mezclaron para preparar un agente de revelado.

25 Evaluación de la susceptibilidad de fijación

Cada uno de los agentes de revelado que se han preparado en lo que antecede se dispuso en una copiadora MF2200 (de Ricoh Co., Ltd) que emplea un rodillo de fijación de TEFLON®, en el que la parte de fijación está modificada.

30

Se produjeron imágenes sobre un papel TIPO 6200 (de Ricoh Co, Ltd) al tiempo que se varía la temperatura de fijación con el fin de determinar una temperatura de fijación mínima por debajo de la cual tiene lugar offset en frío y una temperatura de fijación máxima por encima de la cual tiene lugar offset en caliente.

35 Cuando se determina la temperatura de fijación mínima, la velocidad lineal de la alimentación de papel se ajustó a entre 120 y 150 mm / s, la presión superficial se ajustó a 1 2 kgf / cm², y la anchura de la línea de contacto entre rodillos se ajustó a 3 mm.

40 Cuando se determina la temperatura de fijación máxima, la velocidad lineal de la alimentación de papel se ajustó a 50 mm / s, la presión superficial se ajustó a 2 0 kgf / cm², y la anchura de la línea de contacto entre rodillos se ajustó a 4 5 mm.

Evaluación de la estabilidad de almacenamiento termorresistente

45 Cada uno de los tóneres que se han preparado en lo que antecede se almacenó a 50 °C durante 8 horas. A continuación de lo anterior, cada uno de los tóneres se tamizó con un tamiz de 42 de malla durante 2 minutos, y la tasa residual del tóner que queda sobre el tamiz se midió para evaluar la estabilidad de almacenamiento termorresistente. Cuanto más pequeña sea la tasa residual, mejor será la estabilidad de almacenamiento termorresistente.

50

La estabilidad de almacenamiento termorresistente se clasificó en 4 niveles de acuerdo con la tasa residual:

A: La tasa residual fue de menos de un 10%

5 B: La tasa residual fue de no menos de un 10% y menos de un 20%

C: La tasa residual fue de no menos de un 20% y menos de un 30%

10 D: La tasa residual fue de no menos de un 30%

Los resultados de evaluación se muestran en la Tabla 4.

Tabla 4

	T1-ts (°C)	T2-ts (°C)	Temperatura de fijación mínima (°C)	Temperatura de fijación máxima (°C)	Estabilidad de almacenamiento termorresistente
Ejemplo 1	58	30	120	190	A
Ejemplo 2	55	28	120	180	B
Ejemplo 3	60	35	125	190	A
Ejemplo 4	56	32	125	180	B
Ejemplo 5	50	28	120	175	B
Ejemplo 6	62	38	130	190	A
Ejemplo 7	60	32	125	190	A
Ejemplo Comparativo 1	58	50	140	190	A
Ejemplo Comparativo 2	58	45	135	190	B
Ejemplo Comparativo 3	44	28	125	170	D

15 Como es evidente a partir de la Tabla 4, los tóneres de los Ejemplos 1 a 7 tienen una buena combinación de susceptibilidad de fijación a baja temperatura y estabilidad de almacenamiento termorresistente.

En el Ejemplo Comparativo 1, la susceptibilidad de fijación a baja temperatura es pobre debido a que el tóner no incluye resina de poliéster cristalina alguna.

20 En el Ejemplo Comparativo 2, la susceptibilidad de fijación a baja temperatura es pobre debido a que el tóner incluye la resina de poliéster cristalina 5 que tiene una temperatura de pico endotérmica (T2-cp) elevada y una gran diferencia entre la temperatura de pico endotérmica (T2-cp) y las temperaturas de hombro endotérmicas (T2-cs1) y (T2-cs2).

25 En el Ejemplo Comparativo 3, la estabilidad de almacenamiento termorresistente es pobre debido a que el tóner incluye la resina de poliéster cristalina 6 que tiene una temperatura de pico endotérmica (T2-cp) baja y una gran diferencia entre la temperatura de pico endotérmica (T2-cp) y las temperaturas de hombro endotérmicas (T2-cs1) y (T2-cs2).

REIVINDICACIONES

1. Un tóner, que comprende:

5 un colorante;
una resina de poliéster cristalina; y
una resina de poliéster amorfa,
en el que la resina de poliéster cristalina satisface las siguientes relaciones:

$$10 \quad 60 \leq (T2-cp) < 80$$

$$(T2-cs2) - (T2-cp) < 10$$

$$15 \quad (T2-cp) - (T2-cs1) < 10$$

15 en la que (T2-cp) (°C) representa una temperatura de pico endotérmica, (T2-cs1) (°C) representa una primera temperatura de hombro endotérmica, y (T2-cs2) (°C) representa una segunda temperatura de hombro endotérmica, determinada cada una a partir de un segundo calentamiento en una calorimetría diferencial de barrido usando un sistema de calorímetro diferencial de barrido DSC-60 de Shimadzu Corporation, en el que (T2-cp), (T2-cs1) y (T2-cs2) se determinan mediante procedimientos, en el que aproximadamente 5,0 mg de una muestra están contenidos en un depósito de aluminio, y el depósito se pone sobre una unidad de soporte que va a disponerse en un horno eléctrico, la muestra se calienta de 0 °C a 150 °C a una tasa de calentamiento de 10 °C / min bajo una atmósfera de nitrógeno, y posteriormente se enfría de 150 °C a 0 °C a una tasa de enfriamiento de 10 °C / min, seguido por un recalentamiento de 0 °C a 150 °C a una tasa de calentamiento de 10 °C / min, mientras que el sistema de calorímetro diferencial de barrido DSC-60 está midiendo curvas de DSC, y un programa de soporte lógico de análisis en el DSC-60 analiza la primera y la segunda temperaturas de hombro endotérmicas (T2-cs1) y (T2-cs2) y la temperatura de pico endotérmica (T2-cp) en la curva de DSC que se obtiene en el segundo calentamiento, y

20 en el que el tóner satisface la siguiente relación:

$$30 \quad 45 \leq (T2-ts1) < 65$$

35 en la que (T1-tsl) (°C) representa una temperatura de hombro endotérmica que se determina a partir de un primer calentamiento en la calorimetría diferencial de barrido usando un sistema de calorímetro diferencial de barrido DSC-60 de Shimadzu Corporation, en el que (T1-tsl) se determina mediante procedimientos, en el que aproximadamente 5,0 mg de una muestra están contenidos en un depósito de aluminio, y el depósito se pone sobre una unidad de soporte que va a disponerse en un horno eléctrico, la muestra se calienta de 0 °C a 150 °C a una tasa de calentamiento de 10 °C / min bajo una atmósfera de nitrógeno, y posteriormente se enfría de 150 °C a 0 °C a una tasa de enfriamiento de 10 °C / min, seguido por un recalentamiento de 0 °C a 150 °C a una tasa de calentamiento de 10 °C / min, mientras que el sistema de calorímetro diferencial de barrido DSC-60 está midiendo curvas de DSC, y un programa de soporte lógico de análisis en el DSC-60 analiza la temperatura de hombro endotérmica en la curva de DSC que se obtiene en el primer calentamiento, y el tóner satisface la siguiente relación:

$$45 \quad 20 \leq (T2-ts1) < 40$$

50 en la que (T2-ts1) (°C) representa una temperatura de hombro endotérmica que se determina a partir del segundo calentamiento en la calorimetría diferencial de barrido usando un sistema de calorímetro diferencial de barrido DSC-60 de Shimadzu Corporation, en el que (T2-ts1) se determina mediante procedimientos, en el que aproximadamente 5,0 mg de una muestra están contenidos en un depósito de aluminio, y el depósito se pone sobre una unidad de soporte que va a disponerse en un horno eléctrico, la muestra se calienta de 0 °C a 150 °C a una tasa de calentamiento de 10 °C / min bajo una atmósfera de nitrógeno, y posteriormente se enfría de 150 °C a 0 °C a una tasa de enfriamiento de 10 °C / min, seguido por un recalentamiento de 0 °C a 150 °C a una tasa de calentamiento de 10 °C / min, mientras que el sistema de calorímetro diferencial de barrido DSC-60 está midiendo curvas de DSC, y un programa de soporte lógico de análisis en el DSC-60 analiza la temperatura de hombro endotérmica en la curva de DSC que se obtiene en el segundo calentamiento.

2. El tóner de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la resina de poliéster cristalina satisface adicionalmente la siguiente relación:

$$60 \quad 65 \leq (T2-cp) < 75.$$

3. El tóner de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que la resina de poliéster cristalina satisface adicionalmente las siguientes relaciones:

$$65 \quad (T2-cs2) - (T2-cp) < 6$$

$$(T2\text{-cp}) - (T2\text{-cs1}) < 6.$$

5 4. El tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que los componentes solubles en o-diclorobenceno en la resina de poliéster cristalina tienen un peso molecular promedio en peso (Pm) de 3.000 a 30.000 y un peso molecular promedio en número (Mn) de 1.000 a 10.000, y una relación Pm / Mn es de 1 a 10, al medirse mediante cromatografía de permeación en gel.

10 5. El tóner de acuerdo con la reivindicación 4, en el que los componentes solubles en o-diclorobenceno en la resina de poliéster cristalina tienen un peso molecular promedio en peso (Pm) de 5.000 a 15.000 y un peso molecular promedio en número (Mn) de 2.000 a 10.000, y una relación Pm / Mn es de 1 a 5, al medirse mediante cromatografía de permeación en gel.

15 6. El tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que una relación en peso de la resina de poliéster cristalina con respecto a la resina de poliéster amorfa es de 3 / 97 a 45 / 55.

7. El tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el tóner es obtenible mediante un método, que comprende:

20 dispersar una fase oleosa en un medio acuoso para preparar una dispersión O / W, comprendiendo la fase oleosa un disolvente orgánico, el colorante, la resina de poliéster cristalina, y la resina de poliéster amorfa; y retirar el disolvente orgánico de la dispersión O / W.

25 8. El tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la resina de poliéster amorfa comprende una resina de poliéster sin modificar y una resina de poliéster modificada.

9. El tóner de acuerdo con la reivindicación 8, en el que la resina de poliéster sin modificar satisface la siguiente relación:

$$45 \leq (T2\text{-ns1}) < 65$$

30 en el que (T2-ns1) (°C) representa una temperatura de hombro endotérmica que se determina a partir del segundo calentamiento en la calorimetría diferencial de barrido usando un sistema de calorímetro diferencial de barrido DSC-60 de Shimadzu Corporation, en el que (T2-ns1) se determina mediante procedimientos, en el que aproximadamente 5,0 mg de una muestra están contenidos en un depósito de aluminio, y el depósito se pone sobre una unidad de soporte que va a disponerse en un horno eléctrico, la muestra se calienta de 0 °C a 150 °C a una tasa de calentamiento de 10 °C / min bajo una atmósfera de nitrógeno, y posteriormente se enfría de 150 °C a 0 °C a una tasa de enfriamiento de 10 °C / min, seguido por un recalentamiento de 0 °C a 150 °C a una tasa de calentamiento de 10 °C / min, mientras que el sistema de calorímetro diferencial de barrido DSC-60 está midiendo curvas de DSC, y un programa de soporte lógico de análisis en el DSC-60 analiza la temperatura de hombro endotérmica en la curva de DSC que se obtiene en el segundo calentamiento.

45 10. El tóner de acuerdo con la reivindicación 9, en el que la resina de poliéster sin modificar satisface la siguiente relación:

$$45 \leq (T2\text{-ns1}) < 55$$

en el que (T2-ns1) (°C) representa una temperatura de hombro endotérmica que se determina a partir del segundo calentamiento en la calorimetría diferencial de barrido.

50 11. El tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, en el que el tóner es obtenible mediante un método, que comprende:

55 dispersar una fase oleosa en un medio acuoso que contiene un dispersante de partículas para preparar una dispersión O / W, comprendiendo la fase oleosa un disolvente orgánico, el colorante, la resina de poliéster cristalina, la resina de poliéster sin modificar, un precursor de la resina de poliéster modificada, y un compuesto capaz de alargarse y / o reticularse con el precursor; alargar y / o reticular el compuesto con el precursor en la dispersión O / W; y retirar el disolvente orgánico de la dispersión O / W.

60 12. Un agente de revelado, que comprende el tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11.

FIGURA

