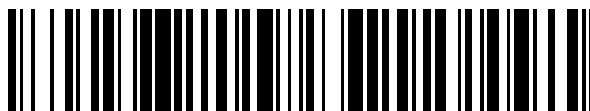


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 586 696**

51 Int. Cl.:

**G03G 8/00** (2006.01)

**G03G 9/087** (2006.01)

**G03G 9/08** (2006.01)

**G03G 9/09** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.05.2013 E 13169007 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.05.2016 EP 2667255**

54 Título: **Conjunto de tóner, conjunto de agente de revelado y aparato de formación de imagen**

30 Prioridad:

**25.05.2012 JP 2012119419**

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

**18.10.2016**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**YOSHIDA, RYUUTA;  
OGAWA, SATOSHI;  
WATANABE, MASAKI;  
SHU, HYO y  
WATANABE, NAOHIRO**

74 Agente/Representante:

**SUGRAÑES MOLINÉ, Pedro**

ES 2 586 696 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**

Conjunto de tóner, conjunto de agente de revelado y aparato de formación de imagen

**5 Antecedentes de la invención****Campo de la invención**

10 La presente invención se refiere a: un conjunto de tóner que contiene un tóner cromático y un tóner transparente; a un conjunto de agente de revelado que usa el conjunto de tóner; y a un aparato de formación de imagen. Un documento en este campo técnico es el documento US 2010/227625.

**Descripción de la técnica relacionada**

15 En los últimos años, existe una demanda aumentada de aparatos de formación de imagen que pueden ahorrar energía para fijar tóner y responder a un procesamiento de alta velocidad, y se requiere que los propios tóneres se fundan a bajas temperaturas. También existe una demanda aumentada para lograr una calidad de imagen alta. Para la formación de imagen de alta calidad tal como la formación de imágenes fotográficas, se imparte brillo a una superficie de medios de registro para proporcionar unas imágenes vívidas de brillo alto. Por ejemplo, se proponen un  
20 método en el que un tóner transparente se aplica a una porción sin imagen sin un tóner cromático para reducir de ese modo la diferencia en cuanto al brillo entre una porción de imagen con un tóner cromático y la porción sin imagen; y un método en el que un tóner transparente se aplica a la totalidad de la superficie de un medio de registro (véanse las solicitudes de patente de Japón abiertas a inspección pública (JP-A) con n.º 04-278967, 04-362960 y 09-200551). Así mismo, se propone un aparato que incluye una unidad de fijación que está configurada para calentar un medio de registro que tiene una imagen de tóner cromático y una imagen de tóner transparente para fusión,  
25 seguido por enfriamiento y desprendimiento, para formar de ese modo una imagen de brillo alto sobre el medio de registro (véase el documento JP-A con n.º 05-158364). De acuerdo con estas propuestas, es posible reducir la diferencia en cuanto al brillo por la totalidad de la superficie de un medio de registro para formar una imagen que tiene un brillo uniforme.

30 En el campo de la impresión, con el fin de controlar el brillo de un medio de registro, se emplea en general impresión de barniz UV, barnizado o laminación de polipropileno (PP) para realizar la así denominada impresión de barnizado por zonas, lo que aumenta el brillo de una porción específica de un medio de registro.

35 En tal impresión de barnizado por zonas, se forma una placa para aumentar parcialmente el brillo después de la impresión a color habitual y esta se reviste con, por ejemplo, barniz UV para impresión. Una porción que se ha sometido a la impresión de barnizado por zonas puede tener un brillo alto como una imagen fotográfica. Mientras tanto, la otra porción que no se ha sometido a la impresión de barnizado por zonas tiene un brillo bajo. De esta forma, la diferencia en cuanto al brillo sobre la imagen resultante se vuelve grande, de tal modo que estas porciones  
40 se pueden distinguir unas de otras en mayor medida que en la impresión habitual. No obstante, la impresión de barnizado por zonas en la impresión offset requiere una placa especial. Además, la impresión offset no puede responder a datos variables y, por lo tanto, requiere un número de lote de impresión más que un cierto número. Si los aparatos de formación de imagen electrofotográfica tales como impresoras láser y copiadoras electrostáticas de proceso en seco pueden lograr una función de la impresión de barnizado por zonas, una placa para impresión no es  
45 necesaria, y también es posible responder a datos variables.

Los métodos propuestos para formar unas porciones que tienen diferentes brillos sobre el mismo medio de registro mediante un proceso de electrofotografía incluyen: un método de control de brillo mediante el ajuste del peso molecular promedio en número de una resina que se usa en un tóner (véase el documento JP-A con n.º 08-220821);  
50 un método en el que una imagen de tóner cromático se fija y una imagen de tóner transparente se forma sobre la misma y, a continuación, la temperatura de fijación se reduce para reducir el brillo (véase el documento JP-A con n.º 2009-109926); y un método en el que se realiza una primera operación de impresión sobre una porción con brillo, seguido por una fijación, y se realiza una segunda operación de impresión sobre una porción sin brillo, seguido por una fijación (véase el documento JP-A con n.º 04-338984). Estas propuestas pueden formar unas porciones que  
55 tienen diferentes brillos sobre el mismo medio de registro, pero no han logrado aún una imagen de brillo alto comparable con una imagen fotográfica que se obtiene mediante la impresión de barnizado por zonas.

Tal como se ha descrito en lo que antecede, se han propuesto diversos métodos de control de brillo sobre medios de registro que usan un tóner transparente. Por ejemplo, el documento JP-A con n.º 08-220821 describe un tóner  
60 transparente que contiene una resina de poliéster que tiene un peso molecular promedio en número de aproximadamente 3.500, y un tóner cromático que contiene una resina de poliéster que tiene un peso molecular promedio en número de aproximadamente 10.000, en el que el punto de fusión del tóner transparente es más bajo que el del tóner cromático, lo que mejora la suavidad y aumenta parcialmente el brillo de la porción de tóner transparente. Mientras tanto, debido a que el tóner transparente se forma sobre la capa lo más superior de una imagen y entra en contacto directo con una unidad de fijación, se requiere que el tóner transparente tenga una  
65 resistencia de offset en caliente más alta que el tóner cromático. Además, una capa del tóner se vuelve gruesa

debido a que la capa de tóner transparente se forma sobre la imagen de tóner cromático. Además, a menos que el tóner cromático tenga una propiedad de offset en frío alta, la imagen resultante que se forma a partir de la combinación del tóner transparente que tiene un punto de fusión bajo y el tóner cromático que tiene un punto de fusión alto carece de estabilidad. Por lo tanto, con el fin de formar una imagen de brillo alto comparable con la imagen fotográfica que se ha mencionado en lo que antecede, no es suficiente solo con ajustar los pesos moleculares promedio en número de las resinas que se usan en los tóneres transparente y cromático.

En el método de formación de imagen que se describe en el documento JP-A con n.º 2009-109926, la máxima viscosidad en estado fundido del tóner en la línea de presión de fijación en la segunda formación de imagen se ajusta para que sea más alta que la del tóner en la línea de presión de fijación en la primera formación de imagen. Por lo tanto, una imagen de tóner transparente que se forma en la segunda formación de imagen no se funde lo suficiente para dar como resultado una reducción del brillo, lo que hace imposible formar una imagen de brillo alto comparable con una imagen fotográfica.

El documento JP-A con n.º 04-338984 describe que se pueden usar copolímeros de estireno - acrílico y resinas termoestables y resinas termoplásticas tales como resinas de poliéster como una resina de un tóner transparente, pero no divulga una constitución de tóner para obtener brillo.

Por lo tanto, ha surgido una demanda de provisión de: un conjunto de tóner que contiene tanto un tóner transparente como un tóner cromático, y que es excelente en cuanto a la resistencia de offset en caliente y capaz de lograr un brillo alto y una capacidad de fijación suficiente al mismo tiempo; y un aparato de formación de imagen capaz de formar una imagen a color usando el conjunto de tóner con el fin de hacer que una región prevista de la imagen a color tenga un brillo diferente de la otra región de la misma.

## Sumario de la invención

La presente invención tiene por objeto proporcionar un conjunto de tóner que contiene tanto un tóner transparente como un tóner cromático, y que es excelente en cuanto a la resistencia de offset en caliente y capaz de lograr un brillo alto y una capacidad de fijación suficiente al mismo tiempo.

La presente invención proporciona unos medios para solucionar los problemas anteriores y proporciona:

un conjunto de tóner, que comprende:

al menos un tóner cromático que contiene un colorante; y un tóner transparente que no contiene colorante alguno, en el que cada uno del tóner cromático y el tóner transparente incluye un agente de liberación y una resina aglutinante que contiene una resina cristalina y una resina no cristalina, en el que cada tóner del conjunto de tóner incorpora un componente de gel que es insoluble en tetrahidrofurano debido a una estructura reticulada presente en la resina aglutinante del tóner, en el que una cantidad de una materia insoluble en tetrahidrofurano en el tóner transparente es más pequeña que una cantidad de una materia insoluble en tetrahidrofurano en el tóner cromático según se determina mediante

- (i) 3 g de cada uno del tóner transparente y el tóner cromático del conjunto de tóner se pesa y se define como A (g);
- (ii) cada tóner se carga en un papel de filtro cilíndrico (diámetro interior: 24 mm) que tiene una masa conocida, y el papel de filtro cilíndrico se fija a un tubo de extracción;
- (iii) 200 ml de tetrahidrofurano (THF) se añaden a un matraz que está equipado con un condensador se sumerge en un calentador con camisa, y el THF se somete a reflujo a 60 °C;
- (iv) el THF se añade gota a gota a cada tóner a través del condensador, y la materia soluble en THF del tóner se extrae en el matraz;
- (v) después de la extracción a 60 °C durante 8 horas, el THF que sirve como un líquido para la extracción se evapora a presión reducida, y se pesa el residuo que queda sobre el papel de filtro cilíndrico (la materia insoluble en THF);
- (vi) el valor obtenido se define como B (g);

la medición para los valores A y B se realiza 5 veces en total y los valores A y B son un promedio de los 5 valores que se obtienen para cada uno; y

en el que cada uno del tóner cromático y el tóner transparente comprende una resina de poliéster cristalina, y en el que una cantidad de la resina de poliéster cristalina en el tóner transparente es más grande que una cantidad de la resina de poliéster cristalina en tóner cromático.

La presente invención puede proporcionar un conjunto de tóner que contiene tanto un tóner transparente como un tóner cromático, y que es excelente en cuanto a la resistencia de offset en caliente y capaz de lograr un brillo alto y una capacidad de fijación suficiente al mismo tiempo. El conjunto de tóner puede solucionar los problemas

existentes anteriores y lograr el objeto anterior.

**Breve descripción de los dibujos**

- 5 La figura 1 es una vista esquemática de un ejemplo de un aparato de formación de imagen de la presente invención.
- La figura 2 es una vista esquemática de otro ejemplo de un aparato de formación de imagen de la presente invención.

**10 Descripción detallada de la invención**

(Conjunto de tóner)

Un conjunto de tóner de la presente invención contiene un tóner cromático y un tóner transparente.

- 15 Cuando un conjunto de tóner se mejora para aumentar el brillo de una imagen, en general se reduce la viscoelasticidad del tóner cromático y el tóner transparente del conjunto de tóner. Cuando la viscoelasticidad de cada tóner del conjunto de tóner se reduce, la superficie de una imagen se mejora en cuanto a la suavidad para moderar la difusión de la luz, mejorando de ese modo el brillo. Además, los tóneres se pueden fijar a bajas temperaturas para
- 20 lograr un ahorro de energía mejorado. No obstante, cuando simplemente se reduce la viscoelasticidad de cada tóner del conjunto de tóner, se debilitan los efectos de anclaje entre cada tóner fundido del conjunto de tóner y medios de registro tales como papel, de tal modo que existe el problema de la aparición de offset en caliente.

- 25 En tales circunstancias, los inventores de la presente invención llevaron a cabo unos estudios exhaustivos para solucionar los problemas anteriores, y han hallado que es posible proporcionar un conjunto de tóner que es excelente en cuanto a la resistencia de offset en caliente y capaz de lograr un brillo alto y una capacidad de fijación suficiente al mismo tiempo mediante la incorporación, en cada tóner del conjunto de tóner, de un componente de gel en una cantidad apropiada que es insoluble en tetrahidrofurano (THF) debido a una estructura reticulada presente en una resina, y también mediante el ajuste de la cantidad de la materia insoluble en THF en cada uno del tóner
- 30 transparente y el tóner cromático del conjunto de tóner con el fin de encontrarse en un rango apropiado. Los inventores de la presente invención también hallaron que el conjunto de tóner anterior puede proporcionar una gran diferencia en cuanto al brillo entre una porción de imagen que está formada por el tóner cromático y una porción de imagen de brillo alto en la que el tóner transparente se ha fijado adicionalmente sobre la porción de imagen que está formada por el tóner cromático.

- 35 En el conjunto de tóner de la presente invención que contiene el tóner cromático y el tóner transparente, una cantidad de una materia insoluble en tetrahidrofurano (THF) en el tóner transparente es más pequeña que una cantidad de una materia insoluble en tetrahidrofurano (THF) en el tóner cromático. Cuando la cantidad de la materia insoluble en THF en el tóner transparente es más pequeña que la cantidad de la materia insoluble en THF en el
- 40 tóner cromático, el conjunto de tóner es excelente en cuanto a la resistencia de offset en caliente y, al mismo tiempo, es fácil obtener un brillo alto y una capacidad de fijación suficiente. Mientras que, cuando la cantidad de la materia insoluble en THF en el tóner transparente es más grande que la cantidad de la materia insoluble en THF en el tóner cromático, el brillo promedio de la imagen formada es bajo, de tal modo que puede que no sea posible proporcionar una diferencia suficiente en cuanto al brillo entre la porción de imagen que está formada por el tóner cromático y la
- 45 porción de imagen de brillo alto en la que el tóner transparente se ha fijado adicionalmente sobre la porción de imagen que está formada por el tóner cromático.

- 50 La cantidad de la materia insoluble en tetrahidrofurano en el tóner cromático es preferiblemente de un 14 % en masa o más pero de un 23 % en masa o menos, más preferiblemente de un 16 % en masa a un 19 % en masa.

La cantidad de la materia insoluble en tetrahidrofurano en el tóner transparente es preferiblemente de un 5 % en masa o más pero de menos de un 14 % en masa, más preferiblemente de un 6 % en masa a un 10 % en masa.

- 55 Cuando la cantidad de la materia insoluble en THF en el tóner cromático es de menos de un 14 % en masa o la cantidad de la materia insoluble en THF en el tóner transparente es de menos de un 5 % en masa, la resistencia de offset en caliente del conjunto de tóner se puede deteriorar.

- 60 Cuando la cantidad de la materia insoluble en THF en el tóner cromático es de más de un 23 % en masa, la capacidad de fijación a baja temperatura del tóner se puede deteriorar. Mientras tanto, el tóner transparente puede contener la materia insoluble en THF más que en el tóner cromático sin verse deteriorado en cuanto a la capacidad de fijación a baja temperatura. No obstante, cuando la cantidad de la materia insoluble en THF en el tóner transparente es de un 14 % en masa o más, el brillo se puede deteriorar.

- 65 Una relación de la cantidad de la materia insoluble en tetrahidrofurano en el tóner transparente con respecto a la cantidad de la materia insoluble en tetrahidrofurano en el tóner cromático es preferiblemente de 0,65 o menos, más preferiblemente de 0,55 o menos. Cuando la relación anterior es de más de 0,65, puede que no sea posible

proporcionar una diferencia suficiente en cuanto al brillo entre la porción de imagen que está formada por el tóner cromático y la porción de imagen de brillo alto en la que el tóner transparente se ha fijado adicionalmente sobre la porción de imagen que está formada por el tóner cromático.

5 En el presente caso, la cantidad de la materia insoluble en THF de cada uno del tóner transparente y el tóner cromático del conjunto de tóner se puede calcular a partir del tóner residual que queda después de que se haya extraído cada tóner con un extractor Soxhlet durante 8 horas usando tetrahidrofurano (THF) como un disolvente de extracción. En concreto, esta se puede medir de la siguiente forma.

10 << Cantidad de materia insoluble en tetrahidrofurano (THF) >>

Cada uno (3 g) del tóner transparente y el tóner cromático del conjunto de tóner se pesa y se define como A (g). A continuación, cada tóner se carga en un papel de filtro cilíndrico (diámetro interior: 24 mm) que tiene una masa conocida, y el papel de filtro cilíndrico se fija a un tubo de extracción. A continuación, se añade tetrahidrofurano (THF) (200 ml) a un matraz. El matraz equipado con un condensador se sumerge en un calentador con camisa, y el THF se somete a reflujo a 60 °C. El THF se añade gota a gota a cada tóner a través del condensador, y la materia soluble en THF de del tóner se extrae en el matraz. Después de la extracción a 60 °C durante 8 horas, el THF que sirve como un líquido para la extracción se evapora a presión reducida, y se pesa el residuo que queda sobre el papel de filtro cilíndrico (la materia insoluble en THF). El valor obtenido se define como B (g). La medición que se ha descrito en lo que antecede para los valores A y B se realiza 5 veces en total. Cada uno de los valores A y B es un promedio de 5 valores que se obtienen en las mediciones realizadas 5 veces.

Los valores A y B que se obtienen de este modo se asignan a la siguiente fórmula para calcular una cantidad de materia insoluble en THF (% en masa).

$$25 \quad \text{Cantidad de materia insoluble en THF (\% en masa)} - (B/A) \times 100$$

La materia insoluble en tetrahidrofurano (THF) que está contenida en cada uno del tóner transparente y el tóner cromático del conjunto de tóner es principalmente una parte que tiene una estructura de red que se forma por reticulación en la resina (componente de gel) y tiene una elasticidad elevada.

- Control de cantidad de materia insoluble en THF en conjunto de tóner -

La cantidad de la materia insoluble en THF del tóner transparente y el tóner cromático del conjunto de tóner se puede controlar mediante el cambio de la cantidad de la resina que contiene el componente de gel.

Un método para incorporar el componente de gel en cada uno del tóner transparente y el tóner cromático del conjunto de tóner no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen: un método de uso de una resina que contiene un componente de gel como una resina aglutinante; y un método que incluye formar partículas de tóner a partir de materiales de tóner que contienen un precursor de resina aglutinante que tiene en la molécula del mismo un grupo funcional capaz de realizar una reacción de alargamiento o de reticulación, y un compuesto capaz de reaccionar con el precursor de resina aglutinante; y calentar o envejecer las partículas de tóner obtenidas para permitir que avance la reacción, para formar de ese modo un componente de gel en cada partícula de tóner.

El tóner cromático en el conjunto de tóner contiene un colorante y es un tóner de color amarillo, un tóner de color magenta, un tóner de color cian, un tóner de color negro, o cualquier combinación de los mismos.

El tóner transparente en el conjunto de tóner es un tóner que no contiene colorante alguno.

Cada uno del tóner cromático y el tóner transparente incluye al menos un agente de liberación y una resina aglutinante; y, si es necesario, incluyen adicionalmente otros ingredientes.

< Resina aglutinante >

La resina aglutinante contiene una resina no cristalina y una resina cristalina.

<< Resina no cristalina >>

La resina no cristalina es preferiblemente una resina de poliéster no cristalina debido a que el tóner obtenido se mejora en cuanto a la capacidad de fijación a baja temperatura y el brillo cuando se usa en aparatos de formación de imagen a todo color.

La resina de poliéster no cristalina preferiblemente contiene una resina de poliéster que no se ha modificado (es decir, una resina de poliéster no modificada) y una resina de poliéster modificada.

- Resina de poliéster no modificada -

5 La resina de poliéster no modificada no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, y se puede obtener a través de una reacción de policondensación entre un componente de alcohol y un componente de ácido.

10 Los ejemplos del componente de alcohol incluyen alquilen glicoles (por ejemplo, etilen glicol y 1,6-hexanodiol), bisfenoles (por ejemplo, bisfenol A y bisfenol S), productos de adición de óxido de alquilen de bisfenoles (por ejemplo, productos de adición de bisfenol A - óxido de etileno 2 moles y productos de adición de bisfenol A - óxido de propileno 2 moles), polialcoholes hídricos trihídricos o superiores (por ejemplo, 1,1,1-trimetilopropano y pentaeritritol). Estos se pueden usar solos o en combinación.

15 Los ejemplos del componente de ácido incluyen ácidos policarboxílicos. El ácido policarboxílico no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen: ácidos alquilen dicarboxílicos (por ejemplo, ácido succínico, ácido adípico y ácido sebácico); ácidos dicarboxílicos aromáticos (por ejemplo, ácido tereftálico y ácido isoftálico); y ácidos policarboxílicos trivalentes o de valencia superior (por ejemplo, ácidos policarboxílicos aromáticos C9-C20 tales como ácido trimelítico y ácido piromelítico). Estos se pueden usar solos o en combinación.

20 El peso molecular promedio en peso (Mw) de la resina de poliéster no modificada que se mide al someter su materia soluble en tetrahidrofurano (THF) a cromatografía de permeación en gel (GPC, *gel permeation chromatography*) no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 1.000 a 20.000, más preferiblemente de 2.000 a 10.000.

25 El peso molecular promedio en número (Mn) de la resina de poliéster no modificada que se mide al someter su materia soluble en tetrahidrofurano (THF) a cromatografía de permeación en gel (GPC) no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 500 a 6.000, más preferiblemente de 1.000 a 5.000.

30 El índice de acidez de la resina de poliéster no modificada es preferiblemente de 1 mg de KOH/g a 50 mg de KOH/g, más preferiblemente de 10 mg de KOH/g a 30 mg de KOH/g. Por consiguiente, el índice de acidez es 1 mg de KOH/g o más grande, por lo tanto, el tóner tiende a cargarse negativamente, y además, una afinidad entre el papel y el tóner mejora durante la fijación al papel, lo que puede aumentar la capacidad de fijación a baja temperatura del tóner. No obstante, cuando el índice de acidez es más grande que 50 mg de KOH/g, puede bajar la estabilidad de carga, en especial la estabilidad de carga frente a la variación ambiental.

35 En particular, el índice de acidez se puede medir de acuerdo con el método de medición que se describe en la norma JIS K0070-1992.

40 - Resina de poliéster modificada -

45 La resina de poliéster modificada puede proveer a cada tóner del conjunto de tóner con un grado apropiado de estructuras reticuladas. La resina de poliéster modificada no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, siempre que esta sea una resina que tiene un enlace de uretano y/o un enlace de urea. La resina de poliéster modificada es preferiblemente resinas que se obtienen a través de una reacción de alargamiento y/o una reacción de reticulación entre un compuesto que contiene grupo hidrógeno activo y un precursor de resina aglutinante que tiene un grupo funcional reactivo con el compuesto que contiene grupo hidrógeno activo (al que se puede hacer referencia en lo sucesivo en el presente documento como "prepolímero").

50 El prepolímero no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto siempre que este sea una resina de poliéster que contiene al menos un grupo funcional reactivo con el compuesto que contiene grupo hidrógeno activo.

55 El grupo funcional en el prepolímero reactivo con el compuesto que contiene grupo hidrógeno activo no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada de entre sustituyentes conocidos. Los ejemplos del sustituyente incluyen un grupo isocianato, un grupo epoxi, un grupo ácido carboxílico y un grupo cloruro de ácido. Estos pueden estar contenidos solos o en combinación. De entre estos, se prefiere un grupo isocianato.

60 El método para sintetizar el prepolímero no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Para producir un prepolímero que contiene grupo isocianato, por ejemplo, se puede emplear el siguiente método. En concreto, un polioli y un ácido policarboxílico se calientan hasta una temperatura de 150 °C a 280 °C en presencia de un catalizador de esterificación conocido (por ejemplo, tetrabutóxido de titanio u óxido de dibutilestaño). Posteriormente, el agua formada se retira a presión reducida si es necesario, para preparar un poliéster que contiene grupo hidroxilo. A continuación de lo anterior, el poliéster que contiene grupo hidroxilo preparado de este modo se hace reaccionar con un poliisocianato a una temperatura de 40 °C a 140 °C para preparar el prepolímero que contiene grupo isocianato.

El polioliol no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen: dioles tales como alquilen glicoles (por ejemplo, etilen glicol, 1,2-propilen glicol, 1,3-propilen glicol, 1,4-butanodiol y 1,6-hexanodiol), alquilen éter glicoles (por ejemplo, dietilen glicol, trietilen glicol, dipropilen glicol, polietilen glicol, polipropilen glicol y politetrametilen éter glicol), dioles alicíclicos (por ejemplo, 1,4-ciclohexano dimetanol y bisfenol A hidrogenado), bisfenoles (por ejemplo, bisfenol A, bisfenol F y bisfenol S), productos de adición de los dioles alicíclicos que se han enumerado en lo que antecede con óxidos de alquilen (por ejemplo, óxido de etileno, óxido de propileno y óxido de butileno); productos de adición de los bisfenoles que se han enumerado en lo que antecede con óxidos de alquilen (por ejemplo, óxido de etileno, óxido de propileno y óxido de butileno); polioles trihídricos o superiores tales como alcoholes alifáticos polihídricos (por ejemplo, glicerina, trimetilolefano, trimetilolpropano, pentaeritritol y sorbitol), fenoles trihídricos o superiores (por ejemplo, fenol novolaca y cresol novolaca) y productos de adición de polifenoles trihídricos o superiores con óxidos de alquilen; y mezclas de dioles y polioles trihídricos o superiores. Estos se pueden usar solos o en combinación.

De entre estos, el polioliol es preferiblemente el diol solo o mezclas del diol y una pequeña cantidad del polioliol trihídrico o superior. El diol es preferiblemente alquilen C2-C12 glicoles o productos de adición de bisfenoles con óxido de alquilen (por ejemplo, productos de adición de bisfenol A - óxido de etileno 2 moles, productos de adición de bisfenol A - óxido de propileno 2 moles y productos de adición de bisfenol A - óxido de propileno 3 moles).

El ácido policarboxílico no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen: ácidos alquilen dicarboxílicos (por ejemplo, ácido succínico, ácido adípico y ácido sebácico); ácidos alquilen dicarboxílicos (por ejemplo, ácido maleico y ácido fumárico); ácidos dicarboxílicos aromáticos (por ejemplo, ácido tereftálico, ácido isoftálico, y ácido naftaleno dicarboxílico); y ácidos policarboxílicos trivalentes o superiores (por ejemplo, ácidos policarboxílicos aromáticos C9-C20 tales como ácido trimelítico y ácido piromelítico). Estos se pueden usar solos o en combinación.

De entre estos, el ácido policarboxílico es preferiblemente ácidos alquilen dicarboxílicos C4-C20 o ácidos dicarboxílicos aromáticos C8-C20.

En particular, en lugar de los ácidos policarboxílicos, se pueden usar anhídridos o ésteres de alquilo inferior (por ejemplo, ésteres de metilo, ésteres de etilo y ésteres de isopropilo) de los ácidos policarboxílicos.

La relación de mezclado del polioliol y el ácido policarboxílico no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. La relación de mezclado de los mismos es preferiblemente de 2/1 a 1/1, más preferiblemente de 1,5/1 a 1/1, de forma particularmente preferible de 1,3/1 a 1,02/1, en términos de la relación de equivalentes [OH]/[COOH] del grupo hidroxilo [OH] del polioliol con respecto al grupo carboxilo [COOH] del ácido policarboxílico.

El poliisocianato no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen: poliisocianatos alifáticos (por ejemplo, tetrametilen diisocianato, hexametilen diisocianato, 2,6-diisocianatometilcaproato, octametilen diisocianato, decametilen diisocianato, dodecametilen diisocianato, tetradecametilen diisocianato, trimetilhexano diisocianato y tetrametilhexano diisocianatos); poliisocianatos alicíclicos (por ejemplo, isoforon diisocianato y ciclohexilmetano diisocianato); diisocianatos aromáticos (por ejemplo, toliol diisocianato y difenilmetano diisocianato, 1,5-naftil diisocianato, difenil-4,4'-diisocianato, 4,4'-diisocianato-3,3'-dimetildifenil, 3-metildifenilmetano-4,4'-diisocianato y difenileter-4,4'-diisocianato); diisocianatos alifáticos aromáticos (por ejemplo,  $\alpha,\alpha,\alpha',\alpha'$ -tetrametilxilil diisocianato); isocianuratos (por ejemplo, tris-isocianatoalquil-isocianurato y triisocianatocicloalquil-isocianurato); derivados de fenol de los mismos; y productos bloqueados de los mismos con, por ejemplo, oxima o caprolactama. Estos se pueden usar solos o en combinación.

Cuando se hace reaccionar el poliisocianato con el poliéster que contiene grupo hidroxilo, un disolvente se puede usar si es necesario. El disolvente que se puede usar no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen disolventes inertes a isocianatos tales como disolventes aromáticos (por ejemplo, tolueno y xileno); cetonas (por ejemplo, acetona, metil etil cetona y metil isobutil cetona); ésteres (por ejemplo, acetato de etilo); amidas (por ejemplo, dimetilformamida y dimetilacetamida); y éteres (por ejemplo, tetrahidrofurano). Estos se pueden usar solos o en combinación.

La relación de mezclado del poliisocianato y el poliéster que contiene grupo hidroxilo no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. La relación de mezclado de los mismos es preferiblemente de 5/1 a 1/1, más preferiblemente de 4/1 a 1,2/1, de forma particularmente preferible de 2,5/1 a 1,5/1, en términos de la relación de equivalentes [NCO]/[OH] del grupo isocianato [NCO] del poliisocianato con respecto al grupo hidroxilo [OH] del poliéster que contiene grupo hidroxilo. Cuando la relación de equivalentes [NCO]/[OH] es de más de 5/1, el compuesto de poliisocianato restante puede afectar de forma adversa a la capacidad de carga del tóner formado.

65

-- Compuesto que contiene grupo hidrógeno activo --

El compuesto que contiene grupo hidrógeno activo actúa, en un medio acuoso, como un agente de alargamiento o un agente de reticulación en el momento de la reacción de alargamiento o la reacción de reticulación del prepolímero.

El grupo hidrógeno activo no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen un grupo hidroxilo (por ejemplo, un grupo hidroxilo alcohólico o un grupo hidroxilo fenólico), un grupo amino, un grupo carboxilo y un grupo mercapto. Estos pueden estar contenidos solos o en combinación.

El compuesto que contiene grupo hidrógeno activo no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, siempre que este contenga un grupo hidrógeno activo. Los ejemplos del mismo incluyen agua. En los casos en los que el prepolímero es un prepolímero que contiene grupo isocianato que se describe en lo sucesivo, se usan preferiblemente aminas desde el punto de vista de aumentar el peso molecular del producto de reacción.

Las aminas que sirven como el compuesto que contiene grupo hidrógeno activo no están particularmente limitadas y se pueden seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos de las mismas incluyen diaminas, poliaminas trivalentes o superiores, amino alcoholes, amino mercaptanos, amino ácidos, y compuestos que se obtienen mediante el bloqueo de un grupo amino de estas aminas. Los ejemplos de las diaminas incluyen diaminas aromáticas (por ejemplo, fenil diamina, dietiltoluenodiamina y 4,4'-diaminodifenilmetano); diaminas alicíclicas (por ejemplo, 4,4'-diamino-3,3'-dimetildiciclohexilmetano, diamina ciclohexano e isoforon diamina); y diaminas alifáticas (por ejemplo, etilen diamina, tetrametilen diamina y hexametilen diamina). Los ejemplos de las poliaminas trivalentes o superiores incluyen dietilen triamina y trietilen tetramina. Los ejemplos de los amino alcoholes incluyen etanolamina e hidroxietilaminilina. Los ejemplos de los amino mercaptanos incluyen aminoetil mercapto y aminopropil mercapto. Los ejemplos de los amino ácidos incluyen ácido aminopropiónico y ácido aminocaproico. Los ejemplos de los compuestos que se obtienen mediante el bloqueo de un grupo amino de las aminas anteriores incluyen compuestos de oxazolona y compuestos de quetimina que se obtienen a partir de cualquiera de las aminas anteriores (es decir, diaminas, poliaminas trivalentes o superiores, amino alcoholes, amino mercaptanos y amino ácidos) y cetonas (por ejemplo, acetona, metil etil cetona y metil isobutil cetona). Estos se pueden usar solos o en combinación.

De entre estos, las aminas son de forma particularmente preferible diaminas o mezclas de diaminas y una pequeña cantidad de poliaminas trivalentes o superiores.

Se deja que el compuesto que contiene grupo hidrógeno activo y el prepolímero experimenten la reacción de alargamiento y/o de reticulación en un medio acuoso, para obtener de ese modo la resina de poliéster modificada.

La reacción de alargamiento y/o de reticulación se puede terminar usando un terminador de reacción tal como monoaminas (por ejemplo, dietilamina, dibutilamina, butilamina o laurilamina) o compuestos que se obtienen mediante el bloqueo de monoaminas (por ejemplo, compuestos de quetimina).

En la síntesis de la resina de poliéster modificada, la relación de mezclado del prepolímero que contiene grupo isocianato que sirve como el prepolímero y las aminas que sirven como el compuesto que contiene grupo hidrógeno activo no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. La relación de mezclado de los mismos es preferiblemente de 1/2 a 2/1, más preferiblemente de 1/1,5 a 1,5/1, de forma particularmente preferible de 1/1,2 a 1,2/1, en términos de la relación de equivalentes  $[NCO]/[NHx]$  del grupo isocianato  $[NCO]$  del prepolímero que contiene grupo isocianato con respecto al grupo amino  $[NHx]$  de las aminas.

La cantidad de la resina de poliéster modificada que está contenida en el tóner transparente del conjunto de tóner es preferiblemente de un 15 % en masa o menos, más preferiblemente de un 1 % en masa a un 10 % en masa. Cuando la cantidad es de más de un 15 % en masa, la materia insoluble en THF que está contenida en el tóner transparente se aumenta, de tal modo que puede que no se logre una diferencia satisfactoria cuanto al brillo entre el tóner cromático y el tóner transparente.

La cantidad de la resina de poliéster modificada que está contenida en el tóner cromático del conjunto de tóner es preferiblemente de un 5 % en masa o más, más preferiblemente de un 5 % en masa a un 30 % en masa, aún más preferiblemente de un 10 % en masa a un 20 % en masa. Cuando la cantidad es de menos de un 5 % en masa, la materia insoluble en THF que está contenida en el tóner transparente se disminuye y, por lo tanto, el tóner cromático puede tener un brillo alto, de tal modo que puede que no se logre una diferencia satisfactoria cuanto al brillo entre el tóner cromático y el tóner transparente.



## « Resina cristalina »

El conjunto de tóner de la presente invención contiene la resina cristalina y, por lo tanto, se puede mejorar en cuanto a la capacidad de fijación a baja temperatura y también en cuanto al brillo.

5 La estructura cristalina de la resina cristalina tiende a deteriorarse cerca de su punto de fusión, de tal modo que la resina cristalina disminuye de forma dramática en cuanto a la viscosidad. Con esta propiedad, esta puede proveer al tóner con una buena capacidad de fijación a baja temperatura al tiempo que se mantiene alta la estabilidad de almacenamiento de resistencia térmica.

10 La resina cristalina es preferiblemente una resina de poliéster cristalina desde el punto de vista de mejoras en cuanto a la capacidad de fijación a baja temperatura.

15 La cristalinidad y la estructura molecular de la resina de poliéster cristalina se pueden confirmar, por ejemplo, por RMN, calorimetría diferencial de barrido (DSC, *differential scanning calorimetry*), difracción de rayos X, CG/EM, CL/EM, y medición de espectro de absorción de infrarrojos (IR). Por ejemplo, en su espectro de absorción de infrarrojos (IR), se prefiere una resina de poliéster que muestra una absorción a longitudes de onda de  $965 \pm 10 \text{ cm}^{-1}$  y  $990 \pm 10 \text{ cm}^{-1}$ , que se basa en una vibración de curvatura fuera de plano ( $\delta\text{CH}$ ) de la olefina. En este caso, es posible considerar una resina de poliéster de este tipo que exhibe la absorción anterior como cristalina.

20 La resina de poliéster cristalina se puede sintetizar a través de, por ejemplo, una reacción de policondensación entre un componente de alcohol y un componente de ácido.

25 El componente de alcohol no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Ejemplos adecuados del mismo incluyen compuestos de diol.

30 El número de átomos de carbono de los compuestos de diol es preferiblemente de 2 a 8, más preferiblemente de 2 a 6. Los ejemplos de tales compuestos de diol incluyen 1,4-butanodiol, etilen glicol, 1,2-propilen glicol, 1,3-propilen glicol o derivados de los mismos. Estos se pueden usar solos o en combinación. De entre estos, se prefieren particularmente el 1,4-butanodiol y el 1,6-hexanodiol.

La cantidad de los compuestos de diol es preferiblemente de un 80 % en moles o más en el componente de alcohol, más preferiblemente de un 85 % en moles a un 100 % en moles en el componente de alcohol.

35 Cuando la cantidad de los compuestos de diol en el componente de alcohol es de menos de un 80 % en moles, la eficiencia de producción se puede deteriorar.

40 El componente de ácido no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen ácidos carboxílicos que tienen dobles enlaces carbono - carbono, compuestos de ácido dicarboxílico y compuestos de ácido carboxílico polivalente, prefiriéndose los compuestos de ácido dicarboxílico.

45 El número de átomos de carbono de los compuestos de ácido dicarboxílico es preferiblemente de 2 a 8, más preferiblemente de 2 a 6. Los ejemplos de tales compuestos de ácido dicarboxílico incluyen ácido oxálico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido succínico, ácido adípico, o anhídridos de estos ácidos, o ésteres de alquilo C1-C3 de los mismos. Estos se pueden usar solos o en combinación. De entre estos, se prefiere particularmente el ácido fumárico.

50 La cantidad de los compuestos de ácido dicarboxílico es preferiblemente de un 80 % en moles o más en el componente de ácido, más preferiblemente de un 85 % en moles a un 100 % en moles en el componente de ácido. Cuando la cantidad de los compuestos de ácido dicarboxílico en el componente de ácido es de menos de un 80 % en moles, la eficiencia de producción se puede deteriorar.

55 Los ejemplos de los compuestos de ácido carboxílico polivalente incluyen ácido trimelítico, ácido piromelítico, o anhídridos de estos ácidos, o ésteres de alquilo C1-C3 de estos ácidos.

60 La reacción de policondensación no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. La reacción de policondensación se puede realizar al dejar que los componentes de alcohol y de ácido reaccionaran a 120 °C a 230 °C en una atmósfera de gas inerte usando, por ejemplo, un catalizador de esterificación y un inhibidor de polimerización.

65 En la reacción de policondensación, la totalidad de los monómeros se pueden cargar de una vez con el fin de mejorar la resistencia de la resina de poliéster cristalina obtenida. Así mismo, con el fin de reducir la cantidad de componentes de bajo peso molecular, monómeros divalentes se pueden dejar reaccionar y, a continuación, monómeros trivalentes o superiores se pueden añadir a la mezcla de reacción y se pueden dejar reaccionar. Además, con el fin de promover la reacción, se puede reducir la presión del sistema de reacción en el último

semiperiodo de la reacción de policondensación. Con el fin de controlar la cristalinidad y el punto de ablandamiento de la resina de poliéster cristalina, la reacción de policondensación se puede realizar usando, como el componente de alcohol, un polialcohol trihídrico o superior tal como glicerina y, como el componente de ácido, un ácido policarboxílico trivalente o superior tal como anhídrido trimelítico para obtener de ese modo un poliéster no lineal.

5 La distribución de peso molecular de la resina de poliéster cristalina no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. La distribución de peso molecular de la misma es preferiblemente estrecha. Y, la resina de poliéster cristalina que tiene un peso molecular más bajo se prefiere debido a que esta es excelente en cuanto a la capacidad de fijación a baja temperatura. En el diagrama de distribución de peso molecular que se obtiene a través de cromatografía de permeación en gel (GPC) de su materia soluble en orto-  
10 diclorobenceno en el que el eje horizontal representa  $\log(M)$  y el eje vertical representa % en masa, se prefiere que un pico se encuentre en un rango de 3,5 a 4,0, y que la semianchura del pico sea de 1,5 o menos.

15 El peso molecular promedio en peso ( $M_w$ ) de la resina de poliéster cristalina no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Debido a que es difícil que la resina de poliéster cristalina que tiene unos pesos moleculares más altos mantenga su abrupta propiedad de fusión, el peso molecular promedio en peso ( $M_w$ ) es preferiblemente de 1.000 a 30.000, más preferiblemente de 1.200 a 20.000.

20 El peso molecular promedio en número ( $M_n$ ) de la resina de poliéster cristalina no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 500 a 6.000, más preferiblemente de 700 a 5.500.

25 La distribución de peso molecular ( $M_w/M_n$ ), que se expresa mediante una relación del peso molecular promedio en peso ( $M_w$ ) con respecto al peso molecular promedio en número ( $M_n$ ), no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 2 a 8.

30 Cuando la distribución de peso molecular ( $M_w/M_n$ ) es de menos de 2, la producción es difícil de realizar, conduciendo, en potencia, a una subida en el coste. Mientras que, cuando esta es de más de 8, la abrupta propiedad de fusión de la resina de poliéster cristalina se puede deteriorar.

35 El punto de fusión de la resina de poliéster cristalina es preferiblemente de 60 °C a 130 °C, más preferiblemente de 70 °C a 110 °C. Cuando el punto de fusión de la misma es más bajo que 60 °C, la viscoelasticidad de cada tóner del conjunto de tóner se disminuye a bajas temperaturas, de tal modo que su estabilidad de almacenamiento de resistencia térmica se puede deteriorar. Mientras que este es más alto que 130 °C, el efecto de disminuir su viscoelasticidad es insuficiente, de tal modo que su capacidad de fijación a baja temperatura puede ser insuficiente.

El punto de fusión de la resina de poliéster cristalina se puede determinar a partir de, por ejemplo, una curva de DSC que se obtiene a través de calorimetría diferencial de barrido (DSC).

40 El índice de acidez de la resina de poliéster cristalina no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 5 mg de KOH/g o más alto, más preferiblemente de 10 mg de KOH/g o más alto. En particular, desde el punto de vista de mejoras en cuanto a la resistencia de offset en caliente, el índice de acidez es preferiblemente de 45 mg de KOH/g o más bajo.

45 Cuando el índice de acidez es más bajo que 5 mg de KOH/g, en algunos casos no se puede obtener una afinidad satisfactoria entre medios de registro (papel) y la resina aglutinante. Además, la capacidad de fijación a baja temperatura prevista no se puede lograr en algunos casos.

50 El índice de acidez de la resina de poliéster cristalina se puede medir tal como sigue, por ejemplo. En concreto, la resina de poliéster cristalina se disuelve en 1,1,1,3,3,3-hexafluoro-2-propanol y la solución resultante se somete a titulación.

55 El índice de hidroxilo de la resina de poliéster cristalina no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 0 mg de KOH/g a 50 mg de KOH/g, más preferiblemente de 5 mg de KOH/g a 50 mg de KOH/g.

Cuando el índice de hidroxilo de la misma es más alto que 50 mg de KOH/g, puede que sea imposible obtener tanto una buena capacidad de fijación a baja temperatura como una buena propiedad de carga.

60 El índice de hidroxilo de la resina de poliéster cristalina se puede medir tal como sigue, por ejemplo. En concreto, la resina de poliéster cristalina se disuelve en 1,1,1,3,3,3-hexafluoro-2-propanol y la solución resultante se somete a titulación.

65 La cantidad de la resina de poliéster cristalina que está contenida en el tóner transparente del conjunto de tóner es preferiblemente más que la que hay en el tóner cromático del conjunto de tóner. Cuando la cantidad de la resina de poliéster cristalina que está contenida en el tóner transparente es menos que la que hay en el tóner cromático,

puede que no se logre una gran diferencia en cuanto al brillo entre el tóner transparente y el tóner cromático.

5 La cantidad de la resina de poliéster cristalina que está contenida en el tóner transparente del conjunto de tóner no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de un 5 % en masa o más, más preferiblemente de un 5 % en masa a un 20 % en masa, aún más preferiblemente de un 6 % en masa a un 15 % en masa. Cuando la cantidad es de menos de un 5 % en masa, puede que el tóner transparente no se disminuya lo suficiente en cuanto a la viscosidad, de tal modo que puede que no se logre un brillo alto. Cuando la cantidad es de más de un 20 % en masa, puede que no se asegure una resistencia de offset en caliente. Adicionalmente, una fase oleosa se aumenta de manera significativa en cuanto a la viscosidad durante la fabricación del tóner transparente, conduciendo, en potencia, a una dificultad en la granulación.

15 La cantidad de la resina de poliéster cristalina que está contenida en el tóner cromático del conjunto de tóner no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de un 2 % en masa a un 15 % en masa, más preferiblemente de un 3 % en masa a un 10 % en masa.

< Agente de liberación >

20 Con el fin de asegurar una propiedad de liberación satisfactoria, tanto el tóner transparente como el tóner cromático del conjunto de tóner contienen un agente de liberación.

25 La cantidad del agente de liberación que está contenido en el tóner transparente es preferiblemente más que la que hay en el tóner cromático. El tóner transparente tiene una viscosidad más baja que el tóner cromático con el fin de mostrar un brillo alto, por lo tanto, el tóner transparente puede tener una resistencia de offset en caliente más baja que el tóner cromático. No obstante, se puede evitar la aparición de offset en caliente mediante la adición previa de una gran cantidad del agente de liberación al tóner transparente.

30 La cantidad del agente de liberación que está contenido en el tóner transparente no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de un 2 % en masa a un 13 % en masa, más preferiblemente de un 3 % en masa a un 10 % en masa. Cuando la cantidad es de menos de un 2 % en masa, puede ser difícil asegurar una propiedad de liberación satisfactoria. Cuando la cantidad es de más de un 13 % en masa, la calidad de imagen tiende a verse deteriorada debido al tóner que se gasta en un medio de soporte.

35 La cantidad del tóner cromático en el agente de liberación no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de un 0,05 % en masa a un 10 % en masa, más preferiblemente de un 1 % en masa a un 8 % en masa.

40 El punto de fusión del agente de liberación no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 50 °C a 120 °C, más preferiblemente de 70 °C a 100 °C.

45 Debido a que el agente de liberación puede actuar de forma eficaz como un agente de liberación en la superficie de contacto entre un rodillo de fijación y un tóner, la resistencia de offset en caliente de un tóner se puede mejorar sin aplicar un agente de liberación, tal como aceite, al rodillo de fijación.

50 En particular, el punto de fusión del agente de liberación se determinó a partir de una curva de DSC que se obtiene a través de calorimetría diferencial de barrido (DSC). La curva de DSC se puede obtener usando TA-60WS y DSC-60 (producto de Shimadzu Corporation).

55 El agente de liberación no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen ceras de poliolefina (por ejemplo, cera de polietileno, cera de polipropileno); hidrocarburos de cadena larga (por ejemplo, cera de parafina) y ceras que contienen grupo carbonilo (por ejemplo, ésteres, cetonas). Estos se pueden usar solos o en combinación. De entre estos, son particularmente preferibles las ceras que contienen grupo carbonilo.

60 Los ejemplos de la cera que contiene grupo carbonilo incluyen ésteres de polialcanato (por ejemplo, cera de carnauba, cera montana, tribehenato de trimetilolpropano, tetrabehenato de pentaeritritol, dibehenato de diacetato de pentaeritritol, tribehenato de glicerina, y diestearato de 1,18-octadecanodiol), ésteres de polialcanol (por ejemplo, trimelitato de tristearilo y maleato de distearilo), amidas de ácido polialcánico (por ejemplo, etilen diamina dibehenil amida), polialquil amidas (por ejemplo, amida de trimelitato de tristearilo), y dialquil cetonas (por ejemplo, distearil cetona).

65

## &lt; Colorante en tóner cromático &gt;

Un colorante en el tóner cromático no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del colorante incluyen negro de carbono, aceite amarillo, pigmento amarillo L, laca de tartrazina, rojo de cadmio, rojo de quinacridona, azul de ftalocianina, azul cielo rápido, laca de verde malaquita, verde de ftalocianina, verde de antraquinona y óxido de titanio. Estos se pueden usar solos o en combinación.

La cantidad del colorante no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de un 1 % en masa a un 15 % en masa, más preferiblemente de un 3 % en masa a un 10 % en masa en relación con la del tóner cromático.

El colorante se puede mezclar con una resina para formar una mezcla madre y se puede usar como una mezcla madre. Los ejemplos de la resina que se usa para producir la mezcla madre o que se amasa junto con la mezcla madre incluyen las resinas de poliéster modificadas o no modificadas que se han descrito en lo que antecede; polímeros de estireno y productos sustituidos de los mismos (por ejemplo, poliestirenos y poliviniltoluenos); copolímeros de estireno - propileno, copolímeros de estireno - viniltolueno, copolímeros de estireno - vinilnaftaleno, copolímeros de estireno - acrilato de metilo, resinas de hidrocarburos alifáticos o alicíclicos; resinas de petróleo aromáticas; parafinas cloradas; y ceras de parafina. Estos se pueden usar solos o en combinación.

La mezcla madre se puede preparar mediante el mezclado y el amasado de un colorante con una resina para su uso en una mezcla madre a través de la aplicación de una fuerza de alta cizalla. Un disolvente orgánico también se puede usar para mejorar las interacciones entre el colorante y la resina. Además, se usa preferiblemente el así denominado método de vaporización instantánea, en el que una pasta acuosa que contiene un colorante se mezcla y se amasa con una resina y un disolvente orgánico y, a continuación, el colorante se transfiere a la resina para retirar el agua y el disolvente orgánico, debido a que una torta húmeda del colorante se puede usar directamente (es decir, no se requiere secado alguno). Para este mezclado y amasado, se usa preferiblemente un dispositivo de dispersión de alta cizalla (por ejemplo, un molino de tres rodillos).

## &lt; Otros ingredientes &gt;

Los otros ingredientes no están particularmente limitados y se pueden seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos de los mismos incluyen agentes de control de carga, partículas de resina, aditivos externos, agentes de mejora de aptitud a la fluencia, agentes de mejora de capacidad de limpieza y materiales magnéticos.

## - Agente de control de carga -

El agente de control de carga no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen alcoxi aminas, sales de amonio cuaternario (incluyendo sales de amonio cuaternario modificado con flúor), alquilamidas, agentes fluoroactivos, sales de metal de ácido salicílico, y sales de metal de derivados de ácido salicílico. Estos se pueden usar solos o en combinación.

El agente de control de carga puede ser un producto comercialmente disponible. Los ejemplos del producto comercialmente disponible incluyen tinte de nigrosina BONTRON 03, sal de amonio cuaternario BONTRON P-51, y compuestos poliméricos que tienen un grupo funcional tal como un grupo ácido sulfónico, un grupo carboxilo o una sal de amonio cuaternario.

La cantidad del agente de control de carga en cada tóner del conjunto de tóner depende del tipo de la resina aglutinante, la presencia o ausencia de aditivo o aditivos y el método de dispersión que se emplea y, por lo tanto, no se puede determinar de forma inequívoca. La cantidad del mismo es preferiblemente de 0,1 partes en masa a 10 partes en masa, más preferiblemente de 0,2 partes en masa a 5 partes en masa, por 100 partes en masa del componente de resina. Cuando este es de menos de 0,1 partes en masa, puede que no se obtengan unas propiedades de control de carga favorables. Mientras que, cuando este es más grande que 10 partes en masa, la capacidad de carga de cada tóner del conjunto de tóner es tan grande que se reducen los efectos de un agente de control de carga principal, y la fuerza de atracción electrostática entre el tóner y un rodillo de revelado aumenta, conduciendo, en potencia, a un deterioro de la fluidez de un agente de revelado y/o de la densidad de imagen.

El agente de control de carga se puede disolver o dispersar en el tóner después del amasado en estado fundido con la mezcla madre y la resina. Resulta innecesario indicar que, el agente de control de carga se puede añadir directamente al disolvente orgánico junto con los componentes del tóner cuando se disuelven o se dispersan estos, o se puede fijar sobre la superficie de cada partícula de tóner del conjunto de tóner después de la formación de las partículas de tóner.

- Partículas de resina -

5 Las partículas de resina no están particularmente limitadas y se pueden seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos de las mismas incluyen resinas de vinilo, resinas de poliuretano, resinas epoxídicas y resinas de poliéster. De entre estas, se prefieren las resinas de vinilo, las resinas de poliuretano, las resinas epoxídicas, las resinas de poliéster o el uso en combinación de las mismas debido a que es fácil obtener una dispersión acuosa de partículas de resina esféricas, siendo más preferidas las resinas de vinilo.

10 Las resinas de vinilo son homopolímeros o copolímeros de monómeros de vinilo. Los ejemplos de las resinas de vinilo incluyen resinas de estireno - éster del ácido (met)acrílico, copolímeros de estireno - acrilonitrilo, y copolímeros de estireno - metacrilato de butilo, prefiriéndose los copolímeros de estireno - metacrilato de butilo.

15 Las partículas de resina pueden ser copolímeros que están formados por monómeros que contienen, cada uno, al menos dos grupos insaturados.

20 El monómero que contiene al menos dos grupos insaturados no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen una sal de sodio de éster del ácido sulfúrico de producto de adición de ácido metacrílico - óxido de etileno ("ELEMNOL RS-30", producto de Sanyo Chemical Industries, Ltd.), divinil benceno y acrilato de 1,6-hexanodiol.

25 La temperatura de transición vítrea (Tg) de las partículas de resina es preferiblemente de 50 °C a 70 °C. Cuando la temperatura de transición vítrea (Tg) es más baja que 50 °C, cada tóner del conjunto de tóner se deteriora en cuanto a la estabilidad de almacenamiento de resistencia térmica, de tal modo que puede tener lugar a un bloqueo durante el almacenamiento y en una unidad de revelado. Mientras que, cuando esta es más alta que 70 °C, las partículas de resina perjudican la adhesividad al papel, de tal modo que se puede aumentar la temperatura de fijación mínima.

30 El peso molecular promedio en peso de las partículas de resina no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 9.000 a 200.000. Cuando el peso molecular promedio en peso de las mismas es más bajo que 9.000, el tóner obtenido se puede deteriorar en cuanto a la estabilidad de almacenamiento de resistencia térmica. Mientras que, cuando este es más alto que 200.000, el tóner obtenido se puede deteriorar en cuanto a la capacidad de fijación a baja temperatura.

35 El diámetro de partícula promedio de las partículas de resina es preferiblemente de 5 nm a 200 nm, más preferiblemente de 20 nm a 150 nm.

40 La cantidad de las partículas de resina no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de un 0,5 % en masa a un 5,0 % en masa. Cuando la cantidad de las mismas es de menos de un 0,5 % en masa, puede ser difícil controlar la dureza superficial y la capacidad de fijación de cada tóner del conjunto de tóner. Mientras que, cuando esta es de más de un 5,0 % en masa, las partículas de resina evitan que la cera exude, dando lugar, en potencia, a un offset.

- Aditivo externo -

45 El aditivo externo no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen partículas de sílice, partículas de sílice hidrofobizadas, partículas de óxido de titanio, partículas de óxido de titanio hidrofobizadas y partículas de alúmina. De entre estas, se prefieren las partículas de sílice, las partículas de óxido de titanio y las partículas de óxido de titanio hidrofobizadas.

50 Las partículas de sílice pueden ser productos comercialmente disponibles. Los ejemplos de las mismas incluyen R972 y R974 (producto de AEROSIL Japan).

Los ejemplos de las partículas de óxido de titanio incluyen P-25 (producto de AEROSIL Japan), STT-30, STT-65C-S (estos productos son de Titan Kogyo, Ltd.), y MT-600B, MT-150A (estos productos son de TAICA Corporation).

55 Los ejemplos de las partículas de óxido de titanio hidrofobizadas incluyen T-805 (producto de AEROSIL Japan), STT-30A, STT-65S-S (estos productos son de Titan Kogyo, Ltd.), y TAF-500T, TAF-1500T (estos productos son de Fuji Titanium Industry Co., Ltd.).

60 Las partículas de sílice hidrofobizadas, las partículas de óxido de titanio hidrofobizadas y las partículas de alúmina hidrofobizadas se pueden obtener mediante, por ejemplo, el tratamiento de partículas hidrófilas con un agente de acoplamiento de silano tal como metiltrimetoxisilano, metiltriethoxisilano u octiltrimetoxisilano. Además, se usan de forma adecuada unas partículas de óxido tratadas con aceite de silicona o partículas inorgánicas tratadas con aceite de silicona que se obtienen mediante el tratamiento de partículas inorgánicas con aceite de silicona, si es necesario con calentamiento.

65

Los ejemplos del aceite de silicona incluyen aceite de dimetil silicona, aceite de metilfenil silicona, aceite de metilhidrogeno silicona, aceite de silicona modificado con alquilo y aceite de silicona modificado con flúor. Los ejemplos de las partículas inorgánicas incluyen sílice, alúmina, óxido de titanio, titanato de bario, titanato de magnesio, titanato de calcio y titanato de estroncio. De entre estos, se prefieren particularmente la sílice y el óxido de titanio.

La cantidad del aditivo externo no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de un 0,1 % en masa a un 5 % en masa, más preferiblemente de un 0,3 % en masa a un 3 % en masa en relación con la de cada tóner del conjunto de tóner.

El diámetro de partícula promedio de partículas primarias de las partículas inorgánicas no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 100 nm o menos, más preferiblemente de 3 nm a 70 nm. Cuando el diámetro de partícula promedio de partículas primarias de las partículas inorgánicas es de menos de 3 nm, las partículas inorgánicas se embeben en cada tóner del conjunto de tóner, lo que dificulta a las mismas que muestren de forma eficaz sus funciones. Mientras que, cuando el diámetro de partícula promedio de partículas primarias de las partículas inorgánicas es de más de 100 nm, las partículas inorgánicas pueden arañar de manera no uniforme una superficie de un fotoconductor.

- Agente de mejora de aptitud a la fluencia -

El agente de mejora de aptitud a la fluencia se refiere a un agente capaz de mejorar las propiedades hidrófobas a través de un tratamiento superficial y de evitar el deterioro de la aptitud a la fluencia y la capacidad de carga incluso en un entorno de alta humedad. Los ejemplos del mismo incluyen agentes de acoplamiento de silano, agentes de sililación, agentes de acoplamiento de silano que tienen un grupo alquilo fluorado, agentes de acoplamiento de organotitanato, agentes de acoplamiento de aluminio, aceites de silicona, y aceites de silicona modificados.

- Agente de mejora de capacidad de limpieza -

El agente de mejora de capacidad de limpieza se añade al tóner para retirar cada tóner del conjunto de tóner que queda después de la transferencia sobre un fotoconductor y un medio de transferencia primario. Los ejemplos del agente de mejora de capacidad de limpieza incluyen ácido esteárico, sales de metal de ácidos grasos tales como estearato de zinc y estearato de calcio, partículas de polímero que se forman mediante una polimerización en emulsión libre de jabón, tal como partículas de poli(metacrilato de metilo) y partículas de poliestireno. Las partículas de polímero preferiblemente tienen una distribución de tamaño de partícula relativamente estrecha. Es preferible que el diámetro de partícula promedio en volumen de las mismas sea de 0,01  $\mu\text{m}$  a 1  $\mu\text{m}$ .

- Material magnético -

El material magnético no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen polvo de hierro, magnetita y ferrita. Preferiblemente, este es de color blanco en términos del tono de color.

< Método de producción de conjunto de tóner >

Un método de producción del tóner cromático y el tóner transparente del conjunto de tóner no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada de entre métodos de producción convencionalmente conocidos de tóner dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen un método de pulverización por amasado, un método de polimerización, un método de suspensión de disolución, y un método de granulación de pulverización.

« Método de pulverización por amasado »

En el método de pulverización por amasado, unas partículas de base de cada tóner del conjunto de tóner se producen mediante el amasado en estado fundido de materiales de tóner de cada tóner del conjunto de tóner que contiene, por ejemplo, al menos una resina aglutinante y un agente de liberación para obtener una mezcla amasada, y pulverización de la mezcla amasada para dar partículas y, a continuación, clasificación de las partículas. En el amasado en estado fundido, los materiales de tóner de cada tóner del conjunto de tóner se mezclan, y la mezcla se coloca en una amasadora en estado fundido y se amasa en estado fundido. Como la amasadora en estado fundido, se pueden usar amasadoras por lotes y amasadoras continuas de único usillo o de doble usillo usando un molino de rodillos. Por ejemplo, se usan preferiblemente una extrusora de doble usillo de tipo KTK (producto de KOBE STEEL, LTD.); una extrusora de doble usillo de tipo TEM (producto de TOSHIBA MACHINE CO., LTD.); una extrusora de doble usillo (producto de KCK Co., Ltd.); una extrusora de doble usillo de tipo PCM (producto de Ikegai Corp.); o una co-amasadora (producto de Buss Co.). El amasado en estado fundido se lleva a cabo preferiblemente en condiciones apropiadas con el fin de no cortar las cadenas moleculares de la resina aglutinante. En concreto, la temperatura de amasado en estado fundido se ajusta con referencia al punto de ablandamiento de la resina aglutinante. Si la temperatura de amasado en estado fundido es excesivamente más alta que el punto de ablandamiento de la resina aglutinante, las cadenas moleculares de la resina aglutinante se cortan con fuerza, y si

esta es excesivamente más baja que el punto de ablandamiento de la resina aglutinante, puede que los materiales de tóner no se dispersen de forma progresiva.

5 En la pulverización, se pulveriza la mezcla amasada que se obtiene en el tratamiento de amasado. Es preferible que en primer lugar, la mezcla amasada se triture de forma gruesa y, a continuación, se pulverice de forma fina. En esta ocasión, la mezcla amasada se pulveriza preferiblemente al hacerse que choque con un tablero de colisión en una corriente de chorro, haciéndose que choquen entre sí en una corriente de chorro, o se pulveriza en una estrecha separación entre un rotor que rota mecánicamente y un estátor.

10 En la clasificación, el producto pulverizado que se obtiene en la pulverización se clasifica con el fin de obtener unas partículas que tienen un tamaño de partícula previamente predeterminado. La clasificación se puede llevar a cabo mediante la retirada de partículas finas con el uso de un ciclón, un decantador o un separador centrífugo. Después de la compleción de la pulverización y la clasificación, el producto pulverizado se clasifica en una corriente de aire usando una fuerza centrífuga, de ese modo se pueden producir unas partículas de base de cada tóner del conjunto de tóner con un tamaño de partícula previamente predeterminado.

15 Posteriormente, se añaden aditivos externos a las partículas de base de cada tóner del conjunto de tóner. Mediante el mezclado y la agitación de las partículas de base de cada tóner del conjunto de tóner y aditivos externos en una mezcladora, unas superficies de las partículas de base de cada tóner del conjunto de tóner se revisten con los aditivos externos mientras que los aditivos externos se están sometiendo a craqueo. En esta ocasión, es importante, en términos de durabilidad, hacer que los aditivos externos tales como partículas inorgánicas y partículas de resina se adhieran de manera uniforme y firme a las partículas de base de cada tóner del conjunto de tóner.

« Método de producción de conjunto de tóner en un medio acuoso »

25 El tóner cromático y el tóner transparente del conjunto de tóner se produce preferiblemente mediante un método de granulación en el que cada tóner del conjunto de tóner se granula en un medio acuoso ya que el tóner resultante tiene una distribución de tamaño de partícula más estrecha que el tóner que se produce mediante el método de pulverización y ha mejorado la uniformidad de imagen. El método de granulación se realiza preferiblemente mediante la retirada de un disolvente orgánico de un líquido de dispersión de tipo O/W en el que una fase oleosa que contiene al menos una resina aglutinante y un agente de liberación que está disuelto en el disolvente orgánico se dispersan en un medio acuoso, para granular de ese modo cada tóner del conjunto de tóner. En concreto, el método de granulación incluye una etapa de preparación de fase oleosa, una etapa de preparación de fase acuosa, una etapa de preparación de líquido de dispersión de conjunto de tóner y una etapa de retirada de disolvente; y, si es necesario, incluye adicionalmente otras etapas.

<< Etapa de preparación de fase oleosa >>

40 La etapa de preparación de fase oleosa no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto siempre que esta sea una etapa de disolución o de dispersión, en un disolvente orgánico, de un compuesto que contiene grupo hidrógeno activo, un precursor de resina aglutinante que contiene un sitio reactivo con el compuesto que contiene grupo hidrógeno activo, una resina aglutinante que contiene una resina no cristalina y una resina cristalina, un agente de liberación y, en el caso del tóner cromático, un colorante, para preparar de ese modo una solución o un líquido de dispersión.

45 La etapa de preparación de fase oleosa se realiza mediante, por ejemplo, un método en el que un compuesto que contiene grupo hidrógeno activo, un precursor de resina aglutinante que contiene un sitio reactivo con el compuesto que contiene grupo hidrógeno activo, una resina aglutinante que contiene una resina no cristalina y una resina cristalina, un agente de liberación, y un agente de control de carga y un colorante usado de forma opcional se añaden de forma gradual al disolvente orgánico con agitación para disolver o dispersar los mismos en el disolvente orgánico.

50 En el caso del tóner cromático, cuando un pigmento se usa como el colorante o cuando se añaden unos ingredientes pobremente solubles en el disolvente orgánico tales como el agente de control de carga al disolvente orgánico, preferiblemente estos ingredientes se micronizan antes de la adición de estos al disolvente orgánico.

La formación del colorante para dar una mezcla madre es un método adecuado, y el mismo método se puede aplicar a la cera de éster y el agente de control de carga.

60 En el caso del tóner cromático, después del colorante, el agente de liberación y el agente de control de carga usado de forma opcional que se han dispersado mediante el método anterior se disuelven o se dispersan en el disolvente orgánico junto con el compuesto que contiene grupo hidrógeno activo, el precursor de resina aglutinante que contiene el sitio reactivo con el compuesto que contiene grupo hidrógeno activo y la resina aglutinante, la solución o el líquido de dispersión resultante se puede dispersar adicionalmente. Esta dispersión se puede realizar usando un dispersador conocido tal como un molino de perlas o un molino de disco.

65

Así mismo, con el fin de aumentar la resistencia mecánica de cada tóner del conjunto de tóner y de evitar el offset de alta temperatura durante la fijación, cada tóner del conjunto de tóner se produce preferiblemente en un estado en el que el precursor de resina aglutinante que contiene el sitio reactivo con el compuesto que contiene grupo hidrógeno activo se ha disuelto en la fase oleosa; es decir, en un estado en el que la fase oleosa contiene el compuesto que contiene grupo hidrógeno activo y el precursor de resina aglutinante.

El disolvente orgánico que se usa en la etapa de preparación de fase oleosa no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. El disolvente orgánico preferiblemente tiene el punto de ebullición de menos de 100 °C debido a que tal disolvente orgánico se puede retirar fácilmente. Los ejemplos de tal disolvente orgánico incluyen tolueno, xileno, benceno, tetracloruro de carbono, cloruro de metileno, 1,2-dicloroetano, acetato de metilo, acetato de etilo, metil etil cetona y metil isobutil cetona. Estos se pueden usar solos o en combinación.

Cuando la resina aglutinante que se va a disolver o a dispersar en el disolvente orgánico es una resina que tiene un esqueleto de poliéster, se prefiere el uso de disolventes de éster tales como acetato de metilo, acetato de etilo y acetato de butilo, y disolventes de cetona tales como metil etil cetona y metil isobutil cetona debido a que estos son excelentes en cuanto a la capacidad de disolución. De entre estos, se prefieren particularmente el acetato de metilo, el acetato de etilo y la metil etil cetona debido a que estos se pueden retirar fácilmente.

« Etapa de preparación de fase acuosa »

La etapa de preparación de fase acuosa no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto siempre que esta sea una etapa de preparación de una fase acuosa.

El medio acuoso que se usa en la etapa de preparación de fase acuosa no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen agua. El medio acuoso puede ser agua sola o una mezcla de agua y un disolvente orgánico miscible en agua. Los ejemplos del disolvente orgánico miscible en agua incluyen alcoholes (por ejemplo, metanol, isopropanol y etilen glicol), dimetilformamida, tetrahidrofurano, cellosolves (por ejemplo, metil cellosolve) y cetonas inferiores (por ejemplo, acetona y metil etil cetona).

El medio acuoso preferiblemente contiene adicionalmente un tensioactivo.

El tensioactivo no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen tensioactivos aniónicos tales como sales de ácido alquilbencenosulfónico, sales de ácido  $\alpha$ -olefin sulfónico, ésteres de ácido fosfórico y sales de ácido disulfónico; tensioactivos catiónicos tales como sales de alquil amina, derivados de ácidos grasos de aminoalcoholes, derivados de ácidos grasos de poliamina y sales de amonio cuaternario (por ejemplo, cloruro de benzetonio); y tensioactivos anfotéricos tales como derivados de amidas de ácidos grasos. De entre estos, con el fin de dispersar, de forma eficiente, gotitas de aceite que contienen el disolvente, se prefieren sales de ácido disulfónico que tengan un valor de HLB relativamente alto.

La cantidad del tensioactivo en el medio acuoso no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. La concentración del tensioactivo en el medio acuoso es preferiblemente de un 3 % en masa a un 10 % en masa, más preferiblemente de un 4 % en masa a un 9 % en masa, de forma particularmente preferible de un 5 % en masa a un 8 % en masa. Cuando la concentración del mismo es más baja que un 3 % en masa, las gotitas de aceite no se pueden dispersar de forma estable con el fin de formar unas gotitas de aceite gruesas. Cuando la concentración del mismo es más alta que un 10 % en masa, cada gotita de aceite se vuelve demasiado pequeña o forma una estructura micelar invertida, de tal modo que, en cambio, la estabilidad de dispersión se deteriora debido al tensioactivo, formando, en potencia, unas gotitas de aceite gruesas.

« Etapa de preparación de líquido de dispersión de conjunto de tóner »

La etapa de preparación de líquido de dispersión de conjunto de tóner no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, siempre que esta sea una etapa de dispersión de la fase oleosa en la fase acuosa para preparar de ese modo un líquido de dispersión emulsionado (es decir, un líquido de dispersión del tóner cromático y el tóner transparente del conjunto de tóner, al que se puede hacer referencia en lo sucesivo en el presente documento como líquido de dispersión de conjunto de tóner).

El método de dispersión no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen un método de dispersión que usa un dispersador conocido tal como el dispersador de cizalla de baja velocidad, un dispersador de cizalla de alta velocidad, un dispersador de rozamiento, un dispersador de chorro de alta presión o un dispersador de ultrasonidos. De entre estos, se prefiere una dispersión usando un dispersador de cizalla de alta velocidad con el fin de formar unas partículas de base de cada tóner del conjunto de tóner con un diámetro de partícula de 2  $\mu$ m a 20  $\mu$ m. En el caso en el que se usa el dispersador de cizalla de alta velocidad, la velocidad de rotación no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 1.000 rpm a 30.000 rpm,



más preferiblemente de 5.000 rpm a 20.000 rpm. El tiempo de dispersión no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 0,1 min a 5 min en un método por lotes. Cuando el tiempo de dispersión supera 5 min, quedan partículas pequeñas o se realiza una dispersión excesiva para hacer el sistema de dispersión inestable, formando, en potencia, agregados y partículas gruesas. La temperatura de dispersión no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 0 °C a 40 °C, más preferiblemente de 10 °C a 30 °C. Cuando la temperatura de dispersión es más baja que 0 °C, la dispersión se aumenta en cuanto a la viscosidad para requerir una energía de cizalla aumentada de dispersión, conduciendo, en potencia, a una caída en la eficiencia de producción. Cuando este supera 40 °C, se excitan unos movimientos moleculares para deteriorar la estabilidad de dispersión, formando, en potencia, agregados y partículas gruesas fácilmente.

Un agente de dispersión se puede usar para emulsionar o dispersar, en un líquido que contiene agua, una fase oleosa que contiene material de cada tóner del conjunto de tóner que se dispersa en el mismo. Los ejemplos del mismo incluyen tensioactivos aniónicos tales como sales de ácido alquilbencenosulfónico; tensioactivos catiónicos tales como sales de amina (por ejemplo, sales de alquil amina) y sales de amonio cuaternario (por ejemplo, sales de alquiltrimetilamonio); tensioactivos no iónicos tales como derivados de amidas de ácidos grasos; y tensioactivos anfotéricos tales como alanina y dodecildi(aminoetil)glicina.

Así mismo, el uso de un tensioactivo que contiene grupo fluoroalquilo puede proporcionar unos efectos ventajosos incluso en una cantidad considerablemente pequeña. Los ejemplos de tensioactivos aniónicos que contienen un grupo fluoroalquilo incluyen ácidos fluoroalquil carboxílicos que tienen de 2 a 10 átomos de carbono o sales de metal de los mismos, perfluorooctanosulfonilglutamato de disodio, 3-[omega-fluoroalquil (C6 a C11)oxi]-1-alquil(C3 o C4) sulfonatos de sodio, ácidos fluoroalquil (C11 a C20) carboxílicos o sales de metal de los mismos, ácidos perfluoroalquilcarboxílicos (C7 a C13) o sales de metal de los mismos, sulfonato de perfluoroalquilo (C4 a C12) o sales de metal del mismo.

Los tensioactivos aniónicos que contienen un grupo fluoroalquilo pueden ser productos comercialmente disponibles. Los ejemplos de los mismos incluyen SURFLON S-111, S-112 y S-113 (estos productos son de Asahi Glass Co., Ltd.); FRORARD FC-93, FC-95, FC-98 y FC-129 (estos productos son de Sumitomo 3M Ltd.); UNIDYNE DS-101 y DS-102 (estos productos son de Daikin Industries, Ltd.); MEGAFACE F-110, F-120, F-113, F-191, F-812 y F-833 (estos productos son de DIC, Inc.); EFTOP EF-102, 103, 104, 105, 112, 123A, 123B, 306A, 501, 201 y 204 (estos productos son de Tohchem Products Co., Ltd.); y FUTARGENT F-100 y F150 (estos productos son de NEOS COMPANY LIMITED).

Los ejemplos de tensioactivos catiónicos que contienen un grupo fluoroalquilo incluyen ácidos de aminas alifáticas primarias, secundarias o terciarias que contienen grupo fluoroalquilo, sales de amonio cuaternario alifáticas (por ejemplo, sales de propiltrimetilamonio de perfluoroalquil (C6 a C10) sulfonamida), sales de benzalconio, cloruro de benzetonio, sales de piridinio y sales de imidazolinio.

Los tensioactivos catiónicos que contienen un grupo fluoroalquilo pueden ser productos comercialmente disponibles. Los ejemplos de los mismos incluyen SURFLON S-121 (producto de Asahi Glass Co., Ltd.); FRORARD FC-135 (producto de Sumitomo 3M Ltd.); UNIDYNE DS-202 (producto de Daikin Industries, Ltd.); MEGAFACE F-150 y F-824 (estos productos son de DIC, Inc.); EFTOP EF-132 (producto de Tohchem Products Co., Ltd.); y FUTARGENT F-300 (producto de Neos COMPANY LIMITED).

Los ejemplos de agentes de dispersión inorgánicos pobremente solubles en agua incluyen fosfato de tricalcio, carbonato de calcio, óxido de titanio, sílice coloidal e hidroxipatita.

Además, un coloide protector polimérico o partículas orgánicas insolubles en agua se pueden usar para estabilizar las gotitas de líquido. Los ejemplos de los mismos incluyen ácidos (por ejemplo, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido fumárico, ácido maleico y anhídrido maleico); monómeros (met)acrílicos que contienen grupo hidroxilo (por ejemplo, acrilato de  $\beta$ -hidroxietilo, metacrilato de  $\beta$ -hidroxietilo, acrilato de  $\beta$ -hidroxipropilo, metacrilato de  $\beta$ -hidroxipropilo y acrilato de  $\gamma$ -hidroxipropilo); alcohol vinílico o éteres del mismo (por ejemplo, vinil metil éter y vinil etil éter); ésteres que se forman entre alcohol vinílico y un compuesto que contiene grupo carboxilo (por ejemplo, acetato de vinilo y butirato de vinilo); acrilamida, metacrilamida, diacetona acrilamida y compuestos de metilol de los mismos; cloruros de ácido (por ejemplo, cloruro de ácido acrílico y cloruro de ácido metacrílico); homopolímeros o copolímeros tales como compuestos que contienen nitrógeno o compuestos heterocíclicos que contienen nitrógeno (por ejemplo, vinil piridina, vinil pirrolidona, vinil imidazol y etilen imina); polioxietilenos (por ejemplo, polioxietilenos, polioxipropilenos, polioxietilen alquil aminas, polioxipropilen alquil aminas); y celulosas (por ejemplo, metil celulosa, hidroxietil celulosa e hidroxipropil celulosa).

Cuando un compuesto soluble en ácido o álcali (por ejemplo, fosfato de calcio) se usa como un estabilizador de dispersión, el fosfato de calcio se disuelve con un ácido (por ejemplo, ácido clorhídrico), seguido por un lavado con agua, para retirar de ese modo este de las partículas formadas. Así mismo, el fosfato de calcio se puede retirar a través de descomposición enzimática.

Como alternativa, cuando se usa el agente de dispersión, el agente de dispersión puede quedar sobre las superficies de cada tóner del conjunto de tóner. No obstante, el agente de dispersión se retira preferiblemente a través de lavado después de la reacción en términos de la capacidad de carga de cada tóner del conjunto de tóner.

5 La cantidad del disolvente orgánico que está contenido en el líquido de dispersión de conjunto de tóner no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de un 10 % en masa a un 70 % en masa, más preferiblemente de un 25 % en masa a un 60 % en masa, de forma particularmente preferible de un 40 % en masa a un 55 % en masa.

10 En particular, la cantidad del disolvente orgánico que está contenido en el líquido de dispersión de conjunto de tóner es una cantidad en relación con la cantidad de la materia sólida (por ejemplo, la resina aglutinante, el colorante, el agente de liberación y, si es necesario, el agente de control de carga) en el líquido de dispersión de conjunto de tóner.

15 « Etapa de retirada de disolvente »

La etapa de retirada de disolvente no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto siempre que esta sea una etapa de retirada del disolvente orgánico que está contenido en el líquido de dispersión de conjunto de tóner. La etapa de retirada de disolvente es preferiblemente una etapa de retirar completamente el disolvente orgánico que está contenido en el líquido de dispersión de conjunto de tóner. En unos medios que pueden emplearse, el líquido de dispersión de conjunto de tóner se aumenta de forma gradual en cuanto a la temperatura con agitación, para eliminar completamente por evaporación de ese modo el disolvente orgánico que está contenido en las gotitas de líquido. En otros medios que pueden emplearse, el líquido de dispersión de conjunto de tóner se pulveriza hacia una atmósfera seca con agitación, para retirar completamente de ese modo el disolvente orgánico que está contenido en las gotitas de líquido. En aún otros medios que pueden emplearse, se puede reducir la presión del líquido de dispersión de conjunto de tóner con agitación para eliminar por evaporación de ese modo el disolvente orgánico. Estos últimos dos medios se pueden usar en combinación con los primeros medios.

30 La atmósfera seca hacia la cual se pulveriza el líquido de dispersión de conjunto de tóner no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos de la misma incluyen un gas calentado tal como aire, nitrógeno, gas dióxido de carbono y gas de combustión.

35 La temperatura de la atmósfera seca no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Esta es preferiblemente una temperatura igual a o más alta que el punto de ebullición más alto de los disolventes que se usan.

La pulverización se realiza con, por ejemplo, una secadora de pulverización, una secadora de correa o un horno giratorio. El uso de esta puede dar un producto que tiene una calidad satisfactoria en un tiempo corto.

40

« Otras etapas »

45 Las otras etapas no están particularmente limitadas y se pueden seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos de las mismas incluyen una etapa de envejecimiento, una etapa de lavado y una etapa de secado.

- Etapa de envejecimiento -

50 Cuando la fase oleosa contiene la resina de poliéster que contiene el grupo funcional reactivo con el grupo hidrógeno activo del compuesto que contiene grupo hidrógeno activo (prepolímero), una etapa de envejecimiento se realiza preferiblemente para avanzar la reacción de alargamiento y/o de reticulación del prepolímero.

La etapa de envejecimiento se realiza preferiblemente después de la etapa de retirada de disolvente y antes de la etapa de lavado.

55

El tiempo de envejecimiento en la etapa de envejecimiento no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 10 min a 40 horas, más preferiblemente de 2 horas a 24 horas.

60 La temperatura de reacción en la etapa de envejecimiento no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 0 °C a 65 °C, más preferiblemente de 35 °C a 50 °C.

- Etapa de lavado -

La etapa de lavado no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, siempre que esta sea una etapa de lavado de cada tóner (unas partículas de base de cada tóner) que está contenido en el líquido de dispersión de conjunto de tóner posterior a la etapa de retirada de disolvente o la etapa de envejecimiento.

El líquido de dispersión de conjunto de tóner contiene no solo unas partículas de base de cada tóner del conjunto de tóner sino también materiales secundarios tales como el agente de dispersión (por ejemplo, el tensioactivo). Por lo tanto, el líquido de dispersión de conjunto de tóner se lava para separar solo las partículas de base de cada tóner del conjunto de tóner del líquido de dispersión de conjunto de tóner.

El método de lavado no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen un método de centrifugación, un método de filtración a presión reducida y un método de prensado de filtración. Cualquiera de los métodos anteriores forma una torta de partículas de base de cada tóner. Cuando las partículas de base no se lavan lo suficiente a través de solo un proceso de lavado, la torta formada se puede dispersar de nuevo en un medio acuoso para formar una suspensión, que se trata repetidamente con cualquiera de los métodos anteriores para extraer unas partículas de base de cada tóner. Cuando se emplea un método de filtración a presión reducida o un método de prensado de filtración para lavado, se puede hacer que un medio acuoso penetre en la torta para retirar por lavado los materiales secundarios que están contenidos en unas partículas de base de cada tóner. El medio acuoso que se usa para el lavado es agua o una mezcla de disolventes de agua y un alcohol tal como metanol o etanol. Se usa agua preferiblemente desde el punto de vista de reducir el coste y la carga ambiental causada por, por ejemplo, un tratamiento de drenaje.

- Etapa de secado -

La etapa de secado no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, siempre que esta sea una etapa de secado de unas partículas de base de cada tóner del conjunto de tóner después de la etapa de lavado.

Las partículas de base lavadas de cada tóner que contiene una gran cantidad de agua se secan para retirar el agua, mediante lo cual solo se pueden obtener unas partículas de base de cada tóner.

El método de retirada de agua de las partículas de base de cada tóner no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen métodos que usan secadoras tales como una secadora de pulverización, una secadora de congelación al vacío, una secadora de presión reducida, una secadora de estante de ventilación, una secadora de estante móvil, una secadora de tipo lecho fluidizado, una secadora rotatoria o una secadora de tipo agitación.

La retirada de agua se realiza preferiblemente hasta que el contenido en agua de las partículas de base de cada tóner se disminuye menos de un 1 % en masa. Así mismo, cuando las partículas de base de cada tóner después de la retirada de agua se floculan en cierta medida para dar lugar a una inconveniencia en el uso, las partículas floculadas se pueden separar unas de otras a través de batido usando, por ejemplo, un molino de chorro, una mezcladora HENSCHEL o una súper mezcladora.

- Etapa de clasificación -

En el caso en el que la distribución de tamaño de partícula de las partículas de base de cada tóner del conjunto de tóner en el líquido emulsionado y/o dispersado es amplia, la distribución de tamaño de partícula de las partículas se puede controlar mediante una clasificación para tener la distribución de tamaño de partícula previamente predeterminada. La clasificación se puede realizar antes de la etapa de secado en un líquido o después de la etapa de secado, pero la clasificación se realiza preferiblemente en el líquido antes de la etapa de secado desde el punto de vista de una eficiencia de producción elevada de cada tóner del conjunto de tóner.

Los ejemplos del método de clasificación en el líquido incluyen retirar partículas finas usando, por ejemplo, un ciclón, un decantador o una centrífuga.

Las partículas finas o gruesas innecesarias retiradas de este modo se pueden devolver a la etapa de amasado, en la que las partículas finas o gruesas innecesarias se pueden usar para formar unas partículas de base de cada tóner del conjunto de tóner. En este caso, las partículas finas o gruesas innecesarias se pueden encontrar en un estado húmedo.

El agente de dispersión que se usa se retira preferiblemente del líquido emulsionado y/o dispersado obtenido en la mayor medida posible. El agente de dispersión se puede retirar al mismo tiempo que la etapa de clasificación.

## &lt; Etapa de adición de aditivo externo &gt;

5 Las partículas de base de secado posterior que se obtienen de este modo de cada tóner del conjunto de tóner se mezclan con otros ingredientes tales como un agente de control de carga, un aditivo externo, un agente de mejora de aptitud a la fluencia y un agente de mejora de capacidad de limpieza y un impacto mecánico se aplica a la mezcla resultante, de tal modo que las partículas extrañas se fijan o se fusionan sobre superficies de las partículas de base de cada tóner del conjunto de tóner, para evitar de ese modo que las partículas extrañas se exfolien de las superficies del tóner.

10 Los ejemplos de los medios específicos incluyen un método en el que un impacto se aplica a una mezcla que contiene las partículas de base de cada tóner del conjunto de tóner y los otros ingredientes usando una pala rotatoria de alta velocidad y un método en el que se da lugar a que una mezcla pase a través de un flujo de aire de alta velocidad para su aceleración, y unas partículas de base de tóner agregadas o complejas de cada tóner se trituraran contra una placa de colisión apropiada.

15 El aparato que se usa para la etapa de adición del aditivo externo no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen un MOLINO ONG (producto de Hosokawa Micron Corp.), un aparato que se produce mediante la modificación de un molino de tipo I (producto de Nippon Neumatic Co., Ltd.) de tal modo que la presión de aire de pulverización del mismo se disminuye, un SISTEMA DE HIBRIDACIÓN (producto de Nara Machinery Co., Ltd.), un SISTEMA CRYPTRON (producción de Kawasaki Heavy Industries, Ltd.) y un mortero automático.

20 El diámetro de partícula promedio en volumen del tóner transparente del conjunto de tóner de la presente invención no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 3  $\mu\text{m}$  a 7  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente de 4  $\mu\text{m}$  a 6  $\mu\text{m}$ .

30 Cuando el diámetro de partícula promedio en volumen es de menos de 3  $\mu\text{m}$ , se puede dar lugar a un fallo de limpieza, lo que conduce a un deterioro de la calidad de imagen. Cuando el diámetro de partícula promedio en volumen es de más de 7  $\mu\text{m}$ , el tóner transparente se deteriora en cuanto a la homogeneidad, conduciendo, en potencia, a una falta de uniformidad del brillo de imagen.

35 Mientras tanto, la relación del diámetro de partícula promedio en volumen ( $D_v$ ) con respecto al diámetro de partícula promedio en número ( $D_n$ ) ( $D_v/D_n$ ) del tóner transparente no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 1,3 o menos, más preferiblemente de 1,2 o menos. Cuando la relación ( $D_v/D_n$ ) es de más de 1,3, el brillo de imagen puede ser no uniforme.

40 El diámetro de partícula promedio en volumen del tóner cromático del conjunto de tóner de la presente invención no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 3  $\mu\text{m}$  a 8  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente de 4  $\mu\text{m}$  a 7  $\mu\text{m}$ .

45 Mientras tanto, la relación del diámetro de partícula promedio en volumen ( $D_v$ ) con respecto al diámetro de partícula promedio en número ( $D_n$ ) ( $D_v/D_n$ ) del tóner cromático no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 1,3 o menos, más preferiblemente de 1,2 o menos.

La distribución de tamaño de partícula del tóner transparente y el tóner cromático del conjunto de tóner se mide usando, por ejemplo, un dispositivo de medición de tamaño de partícula MULTISIZER III (producto de Beckman Coulter, Inc.)

50 El conjunto de tóner de la presente invención es excelente en cuanto a la resistencia de offset en caliente. Adicionalmente, el conjunto de tóner puede lograr de forma simultánea un brillo alto y una capacidad de fijación satisfactoria. Por lo tanto, el conjunto de tóner se usa de forma adecuada en un conjunto de agente de revelado y un aparato de formación de imagen de la presente invención que se describe en lo sucesivo.

55 (Conjunto de agente de revelado)

Un conjunto de agente de revelado de la presente invención contiene el conjunto de tóner de la presente invención y unos medios de soporte.

60 - Medio de soporte -

El medio de soporte no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente un medio de soporte que contiene un material de núcleo y una capa de resina que cubre el material de núcleo.

65

- 5 El material del material de núcleo no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada de entre materiales conocidos. Por ejemplo, es preferible emplear materiales de manganeso - estroncio (Mn - Sr) o materiales de manganeso - magnesio (Mn - Mg) de 50 emu/g a 90 emu/g. Además, es preferible emplear materiales de alta magnetización tales como polvo de hierro (100 emu/g o más) o magnetita (de 75 emu/g a 120 emu/g) para el fin de asegurar la densidad de imagen. Además, es preferible emplear materiales de baja magnetización tales como cobre - zinc (Cu - Zn) (de 30 emu/g a 80 emu/g) debido a que el impacto hacia el miembro de soporte de imagen electrostática latente que tiene el tóner en la forma de tipo cadena se puede aliviar y debido a que este es ventajoso para una calidad de imagen más alta. Estos se pueden usar solos o en combinación.
- 10 El núcleo preferiblemente tiene el diámetro de partícula promedio (el diámetro de partícula promedio en volumen ( $D_{50}$ )) de 10  $\mu\text{m}$  a 200  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente de 40  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$ . Cuando el diámetro de partícula promedio (el diámetro de partícula promedio en volumen ( $D_{50}$ )) es de menos de 10  $\mu\text{m}$ , la cantidad de polvo fino aumenta en el medio de soporte, mientras que la magnetización por partícula disminuye y puede tener lugar una difusión de soporte. Cuando esta es más grande que 200  $\mu\text{m}$ , el área superficial específica del medio de soporte disminuye y, por lo tanto, puede tener lugar una difusión de tóner. Como resultado, en el caso de la impresión de una imagen a todo color que tiene muchas porciones sólidas, en especial la reproducibilidad de las porciones sólidas puede disminuir.
- 20 El material para la capa de resina no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada de entre resinas conocidas dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen resinas de amino, resinas de polivinilo, resinas de poliestireno, resinas de olefina halogenada, resinas de poliéster, resinas de policarbonato, resinas de polietileno, resinas de poli(fluoruro de vinilo), resinas de poli(fluoruro de vinilideno), resinas de politrifluoroetileno, resinas de polihexafluoropropileno, copolímeros que están formados por fluoruro de vinilideno y monómeros acrílicos, copolímeros que están formados por fluoruro de vinilideno y fluoruro de vinilo, fluoroterpolímeros (copolímeros de trifluoruro o de múltiples fluoruros) tales como terpolímeros que están formados por tetrafluoroetileno, fluoruro de vinilideno y monómeros no fluorados y resinas de silicona. Estos se pueden usar solos o en combinación. De entre estos, las resinas de silicona son particularmente preferibles.
- 30 Las resinas de silicona no están particularmente limitadas y se pueden seleccionar de forma apropiada de entre resinas conocidas dependiendo del fin previsto. Los ejemplos de las mismas incluyen resinas de silicona lineales que consisten en enlaces de organosiloxano y resinas de silicona modificadas, modificadas por resina alquídica, resina de poliéster, resina epoxídica, resina acrílica o resina de uretano.
- 35 Las resinas de silicona lineales pueden ser productos comercialmente disponibles. Los ejemplos de las mismas incluyen: KR271, KR255, KR152 (estos productos son de Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.); y SR2400, SR2406, SR2410 (estos productos son de Dow Corning Toray Co., Ltd.).
- 40 Así mismo, las resinas de silicona modificadas pueden ser productos comercialmente disponibles. Los ejemplos de las mismas incluyen: KR206 (modificada con resina alquídica), KR5208 (modificada con resina acrílica), ES1001N (modificada con resina epoxídica), y KR305 (modificada con uretano) (estos productos son de Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.); y SR2115 (modificada con resina epoxídica) y SR2110 (modificada con resina alquídica) (estos productos son de DOW CORNING TORAY SILICONE CO., LTD.).
- 45 En el presente caso, las resinas de silicona se pueden usar solas, pero estas se pueden usar en combinación, por ejemplo, con un componente de reticulación o un componente de control de carga.
- 50 Si es necesario, la capa de resina puede contener adicionalmente, por ejemplo, polvo electroconductor. Los ejemplos del polvo electroconductor incluyen polvo de metal, negro de carbono, óxido de titanio, óxido de estaño y óxido de zinc.
- El diámetro de partícula promedio del polvo electroconductor es preferiblemente de 1  $\mu\text{m}$  o menos. Cuando el diámetro de partícula promedio es más de 1  $\mu\text{m}$ , la resistencia eléctrica puede ser difícil de controlar.
- 55 La capa de resina se puede formar, por ejemplo, tal como sigue. En concreto, la resina de silicona y otros materiales se disuelven en un disolvente para preparar un líquido de revestimiento y, a continuación, el líquido de revestimiento preparado de este modo se aplica como revestimiento de manera uniforme sobre la superficie del material de núcleo con un método de revestimiento conocido, seguido por un secado y, a continuación, una cocción. Los ejemplos del método de revestimiento incluyen métodos de revestimiento por inmersión, métodos de pulverización y métodos de revestimiento a cepillo.
- 60 El disolvente no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen tolueno, xileno, metil etil cetona, metil isobutil cetona, cellosolve y acetato de butilo.
- 65 El método de cocción no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Este puede ser un método de calentamiento externo o interno. Los ejemplos del método de cocción

incluyen métodos que emplean un horno eléctrico de tipo fijo, un horno eléctrico de tipo fluido, un horno eléctrico rotatorio o un horno quemador; y métodos que emplean radiación de microondas.

5 La cantidad de la capa de resina en el medio de soporte es preferiblemente de un 0,01 % en masa a un 5,0 % en masa. Cuando la cantidad de la misma es de menos de un 0,01 % en masa, puede que no se forme una capa de resina uniforme sobre la superficie del material de núcleo. Mientras que, cuando esta es de más de un 5,0 % en masa, la capa de resina formada se vuelve tan gruesa que tiene lugar una adhesión entre partículas de soporte, dando como resultado, en potencia, un fallo en la formación de partículas de soporte uniformes.

10 La cantidad del medio de soporte que está contenido en el conjunto de agente de revelado no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de un 90 % en masa a un 98 % en masa, más preferiblemente de un 93 % en masa a un 97 % en masa.

15 En el conjunto de agente de revelado, la relación de mezclado de cada tóner del conjunto de tóner con respecto al medio de soporte es en general de 1 parte en masa a 10 partes en masa del tóner, por 100 partes en masa del medio de soporte.

(Aparato de formación de imagen y método de formación de imagen)

20 Un aparato de formación de imagen de la presente invención incluye un miembro de soporte de imagen electrostática latente, una unidad de carga, una unidad de exposición, una unidad de revelado, una unidad de transferencia y una unidad de fijación; y puede incluir adicionalmente una unidad de limpieza y, si es necesario, otras unidades seleccionadas de forma apropiada tales como una unidad de eliminación de carga, una unidad de recirculación y una unidad de control. En particular, se hace referencia de forma colectiva a la unidad de carga y a la  
25 unidad de exposición como "unidad de formación de imagen electrostática latente".

30 Un método de formación de imagen incluye una etapa de carga, una etapa de exposición, una etapa de revelado, una etapa de transferencia y una etapa de fijación; y puede incluir adicionalmente una etapa de limpieza y, si es necesario, otras etapas seleccionadas de forma apropiada tales como una etapa de eliminación de carga, una etapa de recirculación y una etapa de control. En particular, se hace referencia de forma colectiva a la etapa de carga y a la etapa de exposición como "etapa de formación de imagen electrostática latente".

35 De acuerdo con el aparato de formación de imagen y el método de formación de imagen, el conjunto de tóner de la presente invención se usa para formar fácilmente una imagen a color que tiene un brillo diferente solo en una región deseada.

40 El método de formación de imagen puede ser realizado de forma adecuada por el aparato de formación de imagen de la presente invención, en el que la etapa de carga puede ser realizada por la unidad de carga, la etapa de exposición puede ser realizada por la unidad de exposición, la etapa de revelado puede ser realizada por la unidad de revelado, la etapa de transferencia puede ser realizada por la unidad de transferencia, la etapa de fijación puede ser realizada por la unidad de fijación, la etapa de limpieza puede ser realizada por la unidad de limpieza, y las otras etapas pueden ser realizadas por las otras unidades.

45 < Miembro de soporte de imagen electrostática latente >

50 El material, la forma, la estructura y el tamaño del miembro de soporte de imagen electrostática latente no están particularmente limitados y se pueden seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. En lo que respecta a la forma, este se encuentra, por ejemplo, en forma de tambor, hoja o correa sin fin. En lo que respecta a la estructura, este puede tener una estructura monocapa o una estructura laminada. En lo que respecta al tamaño, esta se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo de, por ejemplo, el tamaño o la especificación del aparato de formación de imagen. En lo que respecta al material, este es, por ejemplo, un fotoconductor inorgánico hecho de silicio amorfo, selenio, CdS, o ZnO y un fotoconductor orgánico (OPC, *organic photoconductor*) fabricado de polisilano o ftalopolimetina.

55 < Etapa de carga y unidad de carga >

60 La etapa de carga es una etapa de carga de una superficie del miembro de soporte de imagen electrostática latente y es realizada por una unidad de carga. La unidad de carga no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, siempre que esta pueda aplicar una tensión a, y cargar de manera uniforme una superficie de, el miembro de soporte de imagen electrostática latente. La unidad de carga se clasifica en términos generales en (1) una unidad de carga de tipo con contacto que está configurada para cargar el miembro de soporte de imagen electrostática latente de una forma con contacto y (2) una unidad de carga de tipo sin contacto que está configurada para cargar el miembro de soporte de imagen electrostática latente de una forma sin contacto.

65 Los ejemplos de la unidad de carga de tipo con contacto que se describe en el punto (1) incluyen un rodillo de carga electroconductor o semi-electroconductor, un cepillo magnético, un cepillo de pelo, una película y una pala de

caucho. De entre estos, el rodillo de carga se prefiere debido a que este prevé reducir de forma dramática la cantidad de generación de ozono en comparación con dispositivos de tipo descarga de efecto corona, es excelente en cuanto a la estabilidad en el uso repetitivo del miembro de soporte de imagen electrostática latente, y es eficaz para evitar el deterioro de la imagen. Los ejemplos de la unidad de carga de tipo sin contacto que se describe en el punto (2) incluyen un cargador de tipo sin contacto que utiliza descarga de efecto corona, un dispositivo de electrodo de aguja, un elemento de descarga de sólidos; y un rodillo de carga electroconductor o semi-electroconductor que se dispone al tiempo que se mantiene una microseparación con respecto al miembro de soporte de imagen electrostática latente.

5

10 < Etapa de exposición y unidad de exposición >

La etapa de exposición es una etapa de exposición de una superficie del miembro de soporte de imagen electrostática latente cargado y es realizada por la unidad de exposición. La exposición se puede realizar mediante, por ejemplo, la exposición imagen a imagen de la superficie del miembro de soporte de imagen electrostática latente a la luz usando la unidad de exposición.

15

Un sistema óptico en la exposición se clasifica en términos generales en un sistema óptico analógico y un sistema óptico digital. El sistema óptico analógico es un sistema óptico en el que se proyecta un manuscrito directamente sobre un miembro de soporte de imagen electrostática latente. El sistema óptico digital es un sistema óptico en el que se da una información de imagen como unas señales eléctricas que a continuación se convierten en señales luminosas, y un miembro de soporte de imagen electrostática latente se expone a las señales luminosas para formar de ese modo una imagen.

20

La unidad de exposición no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin, siempre que esta logre una exposición imagen a imagen deseada sobre la superficie del miembro de soporte de imagen electrofotográfica latente que se carga con la unidad de carga. Los ejemplos de la misma incluyen diversos dispositivos de exposición tales como un dispositivo de exposición óptica de copia, un dispositivo de exposición de disposición de lentes tubulares, un dispositivo de exposición óptica de láser, un dispositivo de exposición de obturación de cristal líquido y un dispositivo de exposición óptica de LED. En la presente invención, la luz se puede aplicar imagen a imagen desde el lado que está orientado hacia el soporte del miembro de soporte de imagen electrostática latente.

25  
30

< Etapa de revelado y unidad de revelado >

La etapa de revelado es una etapa de revelado de la imagen electrostática latente con el conjunto de tóner o el conjunto de agente de revelado de la presente invención para formar de ese modo una imagen visible. La imagen visible se puede formar con la unidad de revelado mediante, por ejemplo, el revelado de la imagen electrostática latente usando el conjunto de tóner o el conjunto de agente de revelado.

35

El orden de revelado con el tóner transparente y el tóner cromático sobre el medio de registro no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto. Por ejemplo, el revelado se puede realizar con el tóner transparente y, a continuación, con el tóner cromático. Como alternativa, el revelado se puede realizar con el tóner cromático y, a continuación, con el tóner transparente. Una imagen (una imagen visible) que tiene un brillo adecuado se puede formar en cualquier orden.

40  
45

Además, el revelado con el tóner transparente se puede realizar sobre la totalidad de una superficie o solo una región deseada del medio de registro, lo que hace posible formar una imagen visible sobre la cual alguna región tiene brillo pero otra región no tiene brillo alguno.

En particular, el uso del tóner transparente en el revelado puede proporcionar brillo al medio de registro. Por consiguiente, un aparato de formación de imagen usando solo el tóner transparente no puede formar una imagen visible. Tal medio de registro que tiene brillo también cae dentro del alcance de la presente invención.

50

La unidad de revelado no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada de entre unidades de revelado conocidas dependiendo del fin previsto, siempre que esta pueda realizar un revelado usando el conjunto de tóner o el conjunto de agente de revelado. Un ejemplo adecuado de la misma incluye aquellas que contienen el conjunto de tóner o el conjunto de agente de revelado, y tienen al menos una unidad de revelado que puede proporcionar el conjunto de tóner o el conjunto de agente de revelado a la imagen electrostática latente de una forma con contacto o de una forma sin contacto.

55  
60

La unidad de revelado puede emplear un proceso de revelado en seco o en húmedo, y puede ser un dispositivo de revelado monocolor o multicolor. Ejemplos adecuados de la unidad de revelado incluyen una que tenga un rodillo magnético rotatorio y un agitador para cargar el conjunto de tóner o el conjunto de agente de revelado con el rozamiento que se genera durante la agitación.

65

En la unidad de revelado, el conjunto de tóner y el medio de soporte se agitan y se mezclan de tal modo que el tóner se carga por el rozamiento que se genera entre los mismos. El tóner cargado se retiene en la forma de tipo cadena sobre la superficie del rodillo magnético rotatorio para formar de ese modo cepillos magnéticos. El rodillo magnético se dispone cerca del miembro de revelado de imagen electrostática latente y por lo tanto, algo del conjunto de tóner que forma los cepillos magnéticos sobre el rodillo magnético se transfiere sobre la superficie del miembro de revelado de imagen electrostática latente mediante la acción de una fuerza eléctricamente atractiva. Como resultado, la imagen electrostática latente se revela con el conjunto de tóner para formar una imagen de tóner visual sobre la superficie del miembro de revelado de imagen electrostática latente.

10 El conjunto de agente de revelado que está contenido en la unidad de revelado es un conjunto de agente de revelado que contiene el conjunto de tóner.

< Etapa de transferencia y unidad de transferencia >

15 La etapa de transferencia es una etapa de transferencia de la imagen visible sobre un medio de registro, y es realizada por la unidad de transferencia. La unidad de transferencia se clasifica en términos generales en una unidad de transferencia que está configurada para transferir directamente una imagen visible que se forma sobre un miembro de soporte de imagen electrostática latente sobre un medio de registro, y una unidad de transferencia que está configurada para transferir de forma primaria una imagen visible sobre un medio de transferencia intermedio y para, a continuación, transferir de forma secundaria la imagen visible sobre el medio de registro.

20 Por ejemplo, la transferencia de la imagen visible se puede realizar con la unidad de transferencia mediante la carga del miembro de soporte de imagen electrostática latente con un cargador de transferencia. Un aspecto adecuado de la unidad de transferencia incluye los que tienen una unidad de transferencia primaria que está configurada para transferir una imagen visible a un miembro intermedio para formar una imagen de transferencia compuesta; y una unidad de transferencia secundaria que está configurada para transferir la imagen de transferencia compuesta sobre un medio de registro.

30 El miembro de transferencia intermedio no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada de entre miembros de transferencia conocidos dependiendo del fin previsto. Los ejemplos del mismo incluyen una correa de transferencia o un rodillo de transferencia.

35 La unidad de transferencia (la unidad de transferencia primaria y la unidad de transferencia secundaria) preferiblemente incluye al menos un dispositivo de transferencia que transfiere las imágenes visibles que se forman sobre el miembro de soporte de imagen electrostática latente sobre el medio de registro a través de carga. El número del dispositivo de transferencia puede ser uno o dos o más. Los ejemplos del dispositivo de transferencia incluyen un dispositivo de transferencia de efecto corona que emplea descarga de efecto corona, una correa de transferencia, un rodillo de transferencia, un rodillo de transferencia de prensado y un dispositivo de transferencia de adhesivo.

40 El medio de registro es por lo general, un papel plano, pero este no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto siempre que este pueda recibir una imagen sin fijar después del revelado. También se pueden usar, como el medio de registro, bases de PET para OHP.

45 < Etapa de fijación y unidad de fijación >

La etapa de fijación es una etapa de fijación de la imagen visible transferida sobre un medio de registro usando una unidad de fijación.

50 La unidad de fijación no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, no obstante, se usa preferiblemente un dispositivo de fijación que tiene unos miembros de fijación y una fuente de calor para calentar el miembro de fijación.

55 El miembro de fijación no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, siempre que este se pueda encontrar en contacto uno con otro para formar una línea de presión. Los ejemplos de los miembros de fijación incluyen una combinación de una correa sin fin y un rodillo, y una combinación de un rodillo y un rodillo. A la vista de un periodo de calentamiento más corto y el ahorro de energía, se emplea preferiblemente una combinación de una correa sin fin y un rodillo o calentamiento por inducción en el que la imagen transferida se calienta a partir de las superficies de los miembros de fijación.

60 En la etapa de fijación, la imagen de tóner se transfiere sobre el medio de registro, el medio de registro que tiene la imagen se puede pasar a través de la línea de presión para fijar de ese modo la imagen sobre el medio de registro. Como alternativa, la imagen se puede transferir y también fijarse sobre el medio de registro de forma simultánea en la línea de presión - La línea de presión se forma al poner en contacto al menos dos miembros de fijación uno con otro.

65



Además, la etapa de fijación se puede realizar para cada tóner de color en cada una de las transferencias sobre el medio de registro o se puede realizar para imágenes de tóner de color en conjunto en un estado en el que se superpone la totalidad de las imágenes de tóner de color.

5 La temperatura de fijación del tóner (es decir, la temperatura superficial del miembro de fijación que es calentado por la unidad de calentamiento) no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin previsto, pero es preferiblemente de 100 °C a 170 °C, más preferiblemente de 120 °C a 160 °C. Cuando la temperatura de fijación es más baja que 100 °C, esta puede dar como resultado una capacidad de fijación insuficiente, y cuando esta es más alta que 170 °C, esto es poco deseable en términos del ahorro de energía.

10 < Etapa de limpieza y unidad de limpieza >

15 La etapa de limpieza es una etapa de retirada de cada tóner del conjunto de tóner que queda sobre el miembro de soporte de imagen electrostática latente, y puede ser realizada preferiblemente por una unidad de limpieza. En el caso en el que la unidad de revelado tiene un miembro de soporte de agente de revelado que entra en contacto con la superficie del miembro de soporte de imagen electrostática latente; y revela una imagen electrostática latente que se forma sobre el miembro de soporte de imagen electrostática latente así como recoge un tóner residual que queda sobre el miembro de soporte de imagen electrostática latente, entonces la limpieza se puede realizar sin la unidad de limpieza de una forma sin limpieza.

20 La unidad de limpieza no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada de entre limpiadores conocidos, siempre que esta pueda retirar un resto residual sobre el miembro de soporte de imagen electrostática latente. Los ejemplos de la unidad de limpieza incluyen un limpiador de cepillo magnético, un limpiador de cepillo electrostático, un limpiador de rodillo magnético, una pala de limpieza, un limpiador de cepillo y un limpiador de banda. De entre estos, las palas de limpieza son particularmente preferibles desde el punto de vista de una capacidad de retirada de tóner alta, un tamaño compacto y un coste bajo.

25 < Otras etapas y otras unidades >

30 - Etapa de eliminación de carga y unidad de eliminación de carga -

35 La etapa de eliminación de carga es una etapa de aplicación de una polarización de eliminación de carga al miembro de soporte de imagen electrostática latente para eliminar cargas del mismo, y puede ser realizada preferiblemente por una unidad de eliminación de carga. La unidad de eliminación de carga no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada de entre dispositivos de eliminación de carga conocidos, siempre que esta pueda aplicar una polarización de eliminación de carga al miembro de soporte de imagen electrostática latente. Los ejemplos de la misma incluyen una lámpara de eliminación de carga.

40 - Etapa de recirculación y unidad de recirculación -

45 La etapa de recirculación es una etapa de recirculación de cada tóner del conjunto de tóner que se retira en la etapa de limpieza a la unidad de revelado, y puede ser realizada preferiblemente por una unidad de recirculación. La unidad de recirculación no está particularmente limitada y puede ser, por ejemplo, unidades de transporte conocidas.

50 - Etapa de control y unidad de control -

55 La etapa de control es una etapa de control de cada una de las etapas anteriores, y puede ser realizada preferiblemente por una unidad de control. La unidad de control no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma apropiada dependiendo del fin, siempre que esta pueda controlar el funcionamiento de cada una de las unidades anteriores. Los ejemplos de la misma incluyen dispositivos tales como un secuenciador y un ordenador.

60 En la presente invención, un brillo alto se puede lograr tal como sigue. En primer lugar, en una región en la que se tiene por objeto un brillo alto, una imagen electrostática latente se puede formar, revelarse, transferirse y fijarse con cada una de las unidades anteriores usando el tóner cromático y el tóner transparente para formar de ese modo una primera imagen. A continuación, sobre la primera imagen, una imagen electrostática latente adicional se puede formar, revelarse, transferirse y fijarse con cada una de las unidades anteriores usando el tóner transparente para formar de ese modo una segunda imagen. Una región en la que la segunda imagen se ha formado con el tóner transparente contiene una cantidad más grande del tóner transparente y muestra un brillo más alto que la de un área en la que la segunda imagen no se ha formado con el tóner transparente debido a que 2 pasadas de una unidad de fijación pueden suministrar una cantidad suficiente de calor y aumentar la suavidad de la superficie de imagen resultante.

65 Mientras tanto, el brillo del tóner cromático se puede seleccionar dependiendo del fin previsto. Cuando el tóner cromático tiene un brillo alto, el tóner transparente también tiende a tener un brillo alto y, por lo tanto, una diferencia en cuanto al brillo se disminuye sobre el medio de registro.

5 Cuando el tóner cromático tiene un brillo bajo, una diferencia en cuanto al brillo se puede aumentar fácilmente sobre el medio de registro, pero un brillo alto es difícil de lograr incluso cuando se superpone el tóner transparente. Debido a que, en el caso del tóner cromático que tiene un brillo bajo, una resina que está, en sí misma, contenida en el tóner cromático intenta volver a su estado original debido a la viscoelasticidad, lo que da lugar a una microrrugosidad sobre una superficie de imagen de fijación posterior.

10 Incluso cuando el tóner cromático tiene un brillo bajo, un brillo alto se puede lograr al hacer más gruesa una capa que se forma con el tóner transparente para cubrir de ese modo la microrrugosidad causada por el tóner cromático. Por consiguiente, una imagen que tiene diversos brillos que varían de un brillo bajo a un brillo alto se puede formar libremente mediante el uso del tóner cromático que tiene un brillo bajo en combinación con el tóner transparente que tiene un brillo alto y el ajuste del espesor de una capa que se forma con el tóner transparente.

15 Una realización para realizar el método de formación de imagen usando el aparato de formación de imagen de la presente invención se explicará a continuación con referencia a las figuras adjuntas.

< Primera realización de aparato de formación de imagen y método de formación de imagen >

20 La figura 1 es una vista esquemática de la totalidad del aparato de formación de imagen. En primer lugar, se envían unos datos de imagen a una porción de procesamiento de imagen 14, en la que se forman 5 señales de imagen que se corresponden con Y (color amarillo), M (color magenta), C (color cian), Bk (color negro) y transparente. A continuación, las señales de imagen que se corresponden con Y, M, C, Bk y transparente se transmiten de la porción de procesamiento de imagen 14 a una unidad de exposición 15. La unidad de exposición 15 modula y explora 5 haces de láser que se corresponden con Y, M, C, Bk y transparente, carga los tambores de fotoconductor (21, 22, 23, 24, 25) usando las unidades de carga (51, 52, 53, 54, 55) y, a continuación, forma de manera secuencial imágenes electrostáticas latentes sobre los tambores de fotoconductor. En el presente caso, por ejemplo, un primer tambor de fotoconductor 21 se corresponde con Bk, un segundo tambor de fotoconductor 22 se corresponde con Y, un tercer tambor de fotoconductor 23 se corresponde con M, un cuarto tambor de fotoconductor 24 se corresponde con C y un quinto tambor de fotoconductor 25 se corresponde con transparente.

30 A continuación, unas imágenes de tóner de cada color se forman sobre los tambores de fotoconductor (21, 22, 23, 24, 25) usando las unidades de revelado (31, 32, 33, 34, 35). Además, un medio de registro que se ha alimentado a partir de una porción de alimentación de papel 16 se transporta sobre una correa de transferencia 70 que sirve como una unidad de transferencia, durante lo cual las imágenes de tóner que se forman sobre los tambores de fotoconductor (21, 22, 23, 24, 25) se transfieren de forma secuencial sobre el medio de registro usando las cargas de transferencia (61, 62, 63, 64, 65).

40 Después de la compleción de la etapa de transferencia, el medio de registro se transporta a una unidad de fijación 80. En la unidad de fijación 80, las imágenes de tóner transferidas se fijan sobre el medio de registro. Después de la compleción de la etapa de transferencia, un tóner residual que queda sobre los tambores de fotoconductor (21, 22, 23, 24, 25) es retirado por las unidades de limpieza (41, 42, 43, 44, 45). En particular, una referencia numérica 17 en la figura 1 indica una segunda porción de formación de imagen.

< Segunda realización de aparato de formación de imagen y método de formación de imagen >

45 A continuación, se explicará la segunda realización del aparato de formación de imagen y el método de formación de imagen. De acuerdo con la segunda realización, se puede obtener una imagen que tiene diferentes brillos, región a región.

50 En primer lugar, de la misma forma que en la primera realización del aparato de formación de imagen y el método de formación de imagen, se envían unos datos de imagen a la porción de procesamiento de imagen 14, en la que se forman 5 señales de imagen que se corresponden con Y (color amarillo), M (color magenta), C (color cian), Bk (color negro) y transparente.

55 A continuación, una primera imagen que tiene parcialmente un brillo alto se forma en la porción de procesamiento de imagen 14. Las señales de imagen en una región en la que se tiene por objeto un brillo alto que se corresponden con Y, M, C, Bk y transparente se transmiten a la unidad de exposición 15. La unidad de exposición 15 modula y explora 5 haces de láser que se corresponden con Y, M, C, Bk y transparente, carga los tambores de fotoconductor (21, 22, 23, 24, 25) usando las unidades de carga (51, 52, 53, 54, 55) y, a continuación, forma de manera secuencial imágenes electrostáticas latentes sobre los tambores de fotoconductor. En el presente caso, por ejemplo, el primer tambor de fotoconductor 21 se corresponde con Bk, el segundo tambor de fotoconductor 22 se corresponde con Y, el tercer tambor de fotoconductor 23 se corresponde con M, el cuarto tambor de fotoconductor 24 se corresponde con C y el quinto tambor de fotoconductor 25 se corresponde con transparente.

65 A continuación, unas imágenes de tóner de cada color se forman sobre los tambores de fotoconductor (21, 22, 23, 24, 25) usando las unidades de revelado (31, 32, 33, 34, 35). Además, un medio de registro que se ha alimentado a partir de la porción de alimentación de papel 16 se transporta sobre la correa de transferencia 70 que sirve como

una unidad de transferencia, durante lo cual las imágenes de tóner que se forman sobre los tambores de fotoconductor (21, 22, 23, 24, 25) se transfieren de forma secuencial sobre el medio de registro usando las cargas de transferencia (61, 62, 63, 64, 65).

- 5 Después de la compleción de la etapa de transferencia, el medio de registro se transporta a una unidad de fijación 80. En la unidad de fijación 80, las imágenes de tóner transferidas se fijan sobre el medio de registro.

Después de la compleción de la etapa de transferencia, un tóner residual que queda sobre los tambores de fotoconductor (21, 22, 23, 24, 25) es retirado por las unidades de limpieza (41, 42, 43, 44, 45).

- 10 A continuación, el medio de registro sobre el cual se han fijado las imágenes de tóner se transporta a la segunda porción de formación de imagen 17 para formar una segunda imagen.

- 15 En la formación de la segunda imagen, usando un procesamiento de datos de imagen, unas señales de imagen de una región en la que la primera imagen no se ha formado y se tiene por objeto un brillo normal se transmiten a una unidad de exposición 15, en la que unas imágenes que se corresponden con Y, M, C y Bk (excluyendo transparente) se escriben sobre los tambores de fotoconductor (21, 22, 23, 24), se revelan y se transfieren de la misma forma que en la primera formación de imagen y, a continuación, son fijadas de nuevo por la unidad de fijación.

- 20 En particular, una formación de imagen con el tóner transparente se puede realizar, dependiendo del procesamiento de datos de imagen, mediante la unión del tóner transparente con una región que tiene una concentración de tóner baja sobre el medio de registro; o mediante la designación de una región en la que se tiene por objeto unir el tóner transparente para unir de ese modo el tóner transparente a la totalidad de una superficie del medio de registro o solo una región que se considera como una porción de imagen.

- 25 En el aparato de formación de imagen que se muestra en la figura 2 y el método de formación de imagen que usa este, las imágenes de tóner que se forman sobre los tambores de fotoconductor (21, 22, 23, 24, 25) se transfieren sobre un tambor de transferencia de la misma forma que en la primera realización en la figura 1. A continuación, la imagen transferida se transfiere adicionalmente sobre el medio de registro usando una unidad de transferencia secundaria 66 y, a continuación, es fijada por la unidad de fijación 80.

- 30 En la primera realización y la segunda realización, cuando el tóner transparente tiene por objeto estar superpuesto de forma gruesa, la capa que se forma con el tóner transparente colocada sobre el tambor de transferencia se hace más gruesa, de tal modo que se vuelve difícil que la capa se transfiera de forma secundaria. Por consiguiente, la correa de transferencia se puede usar en lugar del tambor de transferencia.

- 35 En la presente invención, el espesor promedio de la capa del tóner transparente que es una capa lo más superior de la imagen visible transferida sobre el medio de registro es preferiblemente de 1  $\mu\text{m}$  a 15  $\mu\text{m}$  después de la fijación de la imagen visible transferida. Cuando el espesor promedio es de menos de 1  $\mu\text{m}$ , un brillo alto puede ser difícil de lograr. Cuando el espesor promedio es de más de 15  $\mu\text{m}$ , la permeabilidad se disminuye y el tóner cromático se puede deteriorar en cuanto a la reproducibilidad de color.

### Ejemplos

- 45 A continuación, la presente invención se describirá por medio de ejemplos, lo que no se debería interpretar como limitante de la presente invención a los mismos.

< Métodos de análisis >

- 50 En los siguientes ejemplos y ejemplos comparativos, el peso molecular, el punto de fusión, la temperatura de transición vítrea, el índice de acidez y el índice de hidroxilo se analizaron mediante los métodos que se describen en lo sucesivo.

« Peso molecular »

- 55 El peso molecular se midió a través de cromatografía de permeación en gel (GPC). En concreto, una columna se acondicionó en una cámara de calor de 40 °C. A continuación, se dio lugar a que tetrahidrofurano (THF) como un disolvente pasara a través de la columna acondicionada de la misma temperatura con un caudal de 1 ml/min. Posteriormente, una solución de muestra de THF preparada por separado que tiene una concentración de muestra de un 0,05 % en masa a un 0,6 % en masa se aplicó a la columna en una cantidad de 50  $\mu\text{l}$  a 200  $\mu\text{l}$ ,

- 60 En la medición del peso molecular de la muestra, la distribución de peso molecular de la muestra se determinó sobre la base de la relación entre el valor logarítmico y el número de recuento de una curva de calibración que se da mediante el uso de varias muestras convencionales de poliestireno monodispersado. Las muestras de poliestireno convencionales que se usan para dar la curva de calibración fueron las facilitadas por Pressure Chemical Co. o Tosoh Co., Ltd. que tienen, cada una, un peso molecular de  $6 \times 10^2$ ,  $2,1 \times 10^3$ ,  $4 \times 10^3$ ,  $1,75 \times 10^4$ ,  $5,1 \times 10^4$ ,  $1,1 \times$

## ES 2 586 696 T3

$10^5$ ,  $3,9 \times 10^5$ ,  $8,6 \times 10^5$ ,  $2 \times 10^6$  y  $4,48 \times 10^6$ . Es apropiado usar al menos aproximadamente 10 muestras de poliestireno convencionales para dar la curva de calibración. El detector usado era un detector de índice de refracción (RI, *refractive index*).

### 5 < Punto de fusión y temperatura de transición vítrea >

El punto de fusión del agente de liberación, el punto de fusión de la resina de poliéster cristalina y la temperatura de transición vítrea de la resina de poliéster no cristalina se midieron a partir de una curva de DSC que se obtiene a través de calorimetría diferencial de barrido (DSC). En concreto, la curva de DSC se obtuvo usando TA-60WS y DSC-60 (estos productos son de Shimadzu Corporation, Ltd.) en las siguientes condiciones de medición.

[Condiciones de medición]

- 15 • Recipiente de muestras: depósito de muestras de aluminio (con una tapa)
- Cantidad de muestra: 5 mg
- Referencia: depósito de muestras de aluminio (alúmina: 10 mg)
- Atmósfera: nitrógeno (caudal: 50 ml/min)
- Condición de temperatura:

- 20 .. Temperatura de inicio: 20 °C
- .. Tasa de calentamiento: 10 °C/min
- .. Temperatura de finalización: 150 °C
- .. Tiempo de retención: 0
- .. Tasa de enfriamiento: 10 °C/min
- 25 .. Temperatura de finalización: 20 °C
- .. Tiempo de retención: 0
- .. Tasa de calentamiento: 10 °C/min
- .. Temperatura de finalización: 150 °C

30 Los resultados medidos se analizaron usando un soporte lógico de análisis de datos TA-60, versión 1.52 (producto de Shimadzu Corporation, Ltd.).

El análisis se realizó mediante la designación de un rango de  $\pm 5$  °C en torno a un punto que presenta el pico máximo de una curva de DrDSC, que era una curva diferencial de la curva de DSC en el segundo calentamiento, y mediante la determinación de la temperatura de pico usando una función de análisis de picos del soporte lógico de análisis de datos. A continuación, la temperatura endotérmica máxima de la curva de DSC se determinó en el rango de las temperaturas de pico +5 °C y -5 °C en la curva de DSC usando la función de análisis de picos del soporte lógico de análisis de datos. En el presente caso, la temperatura que se presenta se corresponde con el punto de fusión de la muestra.

40 La temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ) se definió como un punto de intersección entre la curva de DSC y una línea recta, que pasó a través de un punto intermedio entre las líneas de base antes y después de la aparición del pico exotérmico del pico principal en el rango de temperatura de 40 °C a 100 °C en el calentamiento.

### 45 << Índice de acidez >>

El índice de acidez se midió de acuerdo con el método de la norma JIS K0070-1992 de la siguiente forma.

50 Una muestra de medición (0,5 g) (0,3 g como una materia soluble en acetato de etilo) se añadió a tolueno (120 ml), seguido por una disolución con agitación a 23 °C durante aproximadamente 10 horas. A continuación, etanol (30 ml) se añadió a la solución resultante para preparar una solución de muestra. Obsérvese que, cuando no se disolvió la muestra de medición, otro disolvente tal como dioxano o tetrahidrofurano se usó como un disolvente. Además, un titulador potenciométrico automático (Titulador DL-53, producto de Mettler-Toledo K. K.) y un electrodo (DG113-SC, producto de Mettler-Toledo K. K.) se usaron para medir el índice de acidez a 23 °C y para analizar este usando un soporte lógico de análisis (LabX Light Versión 1.00.000). Obsérvese que, la calibración para el aparato se realizó usando una mezcla de disolventes de tolueno (120 ml) y etanol (30 ml).

Las condiciones de medición son tal como sigue.

60 [Condiciones de medición]

· Condiciones de agitación  
Velocidad de agitación [%] : 25  
Tiempo de agitación[s] : 15

## · Condiciones de titulación de equilibrio

Agente de titulación : CH<sub>3</sub>ONa  
 Concentración [mol/l] : 0,1  
 Electrodo : DG115  
 Unidad de medición : mV

## Predispensación de agente de titulación

Volumen [ml] : 1,0  
 Tiempo de espera [s] : 0

## Modo de adición de agente de titulación: Dinámico

dE (establecida) [mV] : 8,0  
 dV (mín) [ml] : 0,03  
 dV (máx) [ml] : 0,5

## Modo de medición: Titulación de equilibrio

dE [mV] : 0,5  
 Dt [s] : 1,0  
 t (mín) [s] : 2,0  
 t (máx) [s] : 20,0

## Condiciones de reconocimiento

Umbral : 100,0  
 Solo salto de mayor inclinación : No  
 Rango : No  
 Frecuencia : Ninguna

## Condiciones de terminación de medición

Volumen máximo [ml] de agente de titulación : 10,0  
 en potencial : No  
 en pendiente : No  
 después del número de EQP : Sí  
 n : 1  
 Condiciones de terminación de comb. : No

## Condiciones de evaluación

Procedimiento : Convencional  
 Potencial 1 : No  
 Potencial 2 : No  
 Stop para reevaluación : No

El índice de acidez de la resina cristalina se puede calcular con el aparato anterior, en concreto tal como sigue. La solución de muestra preparada se tituló con una solución de hidróxido de potasio 0,1 N/alcohol previamente normalizada. El índice de acidez se calculó a partir de la siguiente ecuación:

$$5 \quad \text{Índice de acidez [mg de KOH/g]} - \text{valor de titulación [ml]} \times N \times 56,1 \text{ [mg/ml]} / \text{masa de muestra de medición [g]}$$

en la que "N" es un factor de solución de hidróxido de potasio 0,1 N/alcohol.

## 10 « Índice de hidroxilo »

El índice de hidroxilo se midió de acuerdo con el método de la norma JIS K0070-1966 de la siguiente forma.

15 En concreto, 0,5 g de una muestra de medición se pesaron con precisión en un matraz de medición de 100 ml y, a continuación, se añadieron 5 ml de un reactivo de acetilación a la misma. A continuación, el matraz de medición se calentó durante de 1 hora a 2 horas en un baño de agua caliente ajustado a 100 °C ± 5 °C y, a continuación, se extrajo del baño de agua caliente y se dejó enfriar. Además, se añadió agua al matraz de medición, que a continuación se agitó para descomponer el anhídrido acético. A continuación, para descomponer completamente el anhídrido acético, el matraz se calentó de nuevo en el baño de agua caliente durante 10 min o más y, a continuación, se dejó enfriar. A continuación de lo anterior, la pared del matraz se lavó de forma minuciosa con un disolvente orgánico.

25 Además, un titulador potenciométrico automático (Titulador DL-53, producto de Mettler-Toledo K. K.) y un electrodo (DG113-SC, producto de Mettler-Toledo K. K.) se usaron para medir el índice de hidroxilo a 23 °C y para analizar este usando un soporte lógico de análisis (LabX Light Versión 1.00.000). Obsérvese que, la calibración para el

titulador potenciométrico automático anterior se realizó usando una mezcla de disolventes de tolueno (120 ml) y etanol (30 ml). Las condiciones de medición para el índice de hidroxilo fueron las mismas que las del índice de acidez tal como se ha descrito en lo que antecede.

5 < Ejemplo de producción 1 de tóner cromático >

- Síntesis de resina de poliéster no cristalina 1 -

10 Un recipiente de reacción equipado con un condensador, un agitador y un tubo de introducción de nitrógeno se cargó con producto de adición de bisfenol A - óxido de propileno 3 moles (781 partes en masa), ácido tereftálico (218 partes en masa), ácido adípico (48 partes en masa), y óxido de dibutilestaño (2 partes en masa). La mezcla resultante se dejó reaccionar a presión normal a 230 °C durante 8 horas, y se dejó reaccionar adicionalmente a una presión reducida de 10 mmHg a 15 mmHg durante 5 horas. A continuación, anhídrido trimelítico (45 partes en masa) se añadió al recipiente de reacción, seguido por una reacción a presión normal a 180 °C durante 2 horas, para obtener de ese modo la [resina de poliéster no cristalina 1].

15 Se halló que la [resina de poliéster no cristalina 1] obtenida tenía un peso molecular promedio en número de 1.900, un peso molecular promedio en peso de 4.400, una temperatura de transición vítrea (Tg) de 43 °C, y un índice de acidez de 25 mg de KOH/g.

20 - Síntesis de resina de poliéster cristalina 1 -

25 Un matraz de cuatro bocas de 5 l equipado con un tubo de introducción de nitrógeno, un tubo de drenaje, un agitador y un termopar se cargó con ácido 1,10-decanodioico (2.120 g), 1,8-octanodiol (1.000 g), 1,4-butanodiol (1.520 g) e hidroquinona (3,9 g), seguido por una reacción a 180 °C durante 10 horas. A continuación de lo anterior, la mezcla de reacción se dejó reaccionar a 200 °C durante 3 horas y se dejó reaccionar adicionalmente a 8,3 kPa durante 2 horas, para obtener de ese modo la [resina de poliéster cristalina 1].

30 Se halló que la [resina de poliéster cristalina 1] obtenida tenía un peso molecular promedio en peso de 15.000, un peso molecular promedio en número de 4.000, y un punto de fusión de 67 °C.

- Síntesis de prepolímero -

35 Un recipiente de reacción equipado con un condensador, un agitador y un tubo de introducción de nitrógeno se cargó con producto de adición de bisfenol A - óxido de etileno 2 moles (682 partes en masa), producto de adición de bisfenol A - óxido de propileno 2 moles (81 partes en masa), ácido tereftálico (283 partes en masa), anhídrido trimelítico (22 partes en masa) y óxido de dibutilestaño (2 partes en masa). La mezcla resultante se dejó reaccionar a presión normal a 230 °C durante 8 horas y se dejó reaccionar adicionalmente a una presión reducida de 10 mmHg a 15 mmHg durante 6 horas, para obtener de ese modo la [resina de poliéster intermedia 1].

40 Se halló que la [resina de poliéster intermedia 1] tenía un peso molecular promedio en número de 2.100, un peso molecular promedio en peso de 9.000, una temperatura de transición vítrea (Tg) de 58 °C, un índice de acidez de 0,5 mg de KOH/g y un índice de hidroxilo de 51 mg de KOH/g.

45 A continuación, un recipiente de reacción equipado con un condensador, un agitador y un tubo de introducción de nitrógeno se cargó con la [resina de poliéster intermedia 1] (410 partes en masa), isoforon diisocianato (89 partes en masa) y acetato de etilo (500 partes en masa), seguido por una reacción a 100 °C durante 5 horas, para obtener de ese modo el [prepolímero 1]. Se halló que la cantidad de isocianato libre que está contenido en el [prepolímero 1] obtenido era de un 1,53 % en masa.

50 - Síntesis de quetimina -

55 Un recipiente de reacción equipado con una varilla de agitación y un termómetro se cargó con isoforon diamina (170 partes en masa) y metil etil cetona (75 partes en masa), seguido por una reacción a 50 °C durante 5 horas, para obtener de ese modo el [compuesto de quetimina 1]. Se halló que el índice de amina del [compuesto de quetimina 1] obtenido era de 418.

- Preparación de emulsión de partículas orgánicas finas -

60 Un recipiente de reacción al que se habían fijado una varilla de agitación y un termómetro se cargó con agua (683 partes en masa), una sal de sodio de éster del ácido sulfúrico de producto de adición de ácido metacrílico - óxido de etileno (ELEMNOL RS-30, producto de Sanyo Chemical Industries, Ltd.) (11 partes en masa), estireno (138 partes en masa), ácido metacrílico (138 partes en masa) y persulfato de amonio (1 parte en masa), y la mezcla resultante se agitó a 400 rpm durante 15 min para preparar una emulsión de color blanco. La emulsión obtenida se calentó a 75 °C y se dejó reaccionar durante 5 horas. Posteriormente, una solución de persulfato de amonio acuosa al 1 % en masa (30 partes en masa) se añadió a la mezcla de reacción, seguido por un envejecimiento a 75 °C durante 5

horas, para preparar de ese modo un líquido de dispersión acuoso, el [líquido de dispersión de partículas finas 1] de una resina de vinilo (un copolímero de estireno - ácido metacrílico - sal de sodio de éster del ácido sulfúrico de producto de adición de ácido metacrílico - óxido de etileno).

- 5 El [líquido de dispersión de partículas finas 1] obtenido se midió para determinar el diámetro de partícula promedio en volumen con un analizador de tamaño de partícula por difracción/difusión de láser (LA-920, producto de Horiba, Ltd.), y se halló que tenía un diámetro de partícula promedio en volumen de 0,14 µm.

- Preparación de fase acuosa -

- 10 Agua (990 partes en masa), el [líquido de dispersión de partículas finas 1] (80 partes en masa), una solución acuosa al 48,5 % en masa de disulfonato de dodecildifenil éter de sodio (ELEMNOL MON-7, producto de Sanyo Chemical Industries Ltd.) (40 partes en masa) y acetato de etilo (90 partes en masa) se mezclaron entre sí y se agitaron para obtener un líquido opaco de color blanco, que se usó como la [fase acuosa 1].

- 15 - Preparación de mezcla madre -

- 20 Negro de carbono (REGAL 400R, producto de Cabot Corporation) (40 partes en masa), una resina de poliéster (60 partes en masa) (RS-801, producto de Sanyo Chemical Industries, Ltd., índice de acidez: 10 mg de KOH/g, peso molecular promedio en peso: 20.000, temperatura de transición vítrea (Tg): 64 °C) y agua (30 partes en masa) se mezclaron entre sí usando una mezcladora HENSCHTEL, para obtener de ese modo una mezcla que contiene agregados de pigmento que están impregnados con agua. La mezcla obtenida se amasó durante 45 min con un molino de dos rodillos cuya temperatura de superficie de rodillo se había ajustado a 130 °C. El producto amasado se pulverizó con un pulverizador con el fin de tener un tamaño de 1 mm, mediante lo cual se obtuvo la [mezcla madre 1].

- Preparación de fase oleosa -

- 30 Un recipiente al que se habían fijado una varilla de agitación y un termómetro se cargó con la [resina de poliéster no cristalina 1] (425,6 partes en masa), cera de carnauba (producto de TOAGOSEI CO., LTD., 48,4 partes en masa) como un agente de liberación, la [mezcla madre 1] (145,7 partes en masa), un agente de control de carga (CCA, *charge controlling agent*, complejo de ácido salicílico - metal, BONTRON E-84, producto de Orient Chemical Industries, Ltd.) (20 partes en masa) y acetato de etilo (400 partes en masa), y la mezcla se calentó a 80 °C con agitación. La mezcla resultante se mantuvo a 80 °C durante 5 horas y, a continuación, se enfrió a 30 °C durante 1 hora. Posteriormente, la [resina de poliéster cristalina 1] (64,5 partes en masa) se cargó en el recipiente de reacción, y acetato de etilo se cargó en el mismo de tal modo que la concentración de contenido de sólidos que se calculó a partir de las cantidades de la totalidad de los materiales en bruto que se cargaron se volvió de un 53 % en masa, seguido por un mezclado durante 1 hora, para preparar de ese modo la [solución de material en bruto 1].

- 40 La [solución de material en bruto 1] (1.328 partes en masa) se transfirió a un recipiente, y se trató con un molino de perlas (ULTRA VISCOMILL, producto de AIMEX CO., Ltd.) en las siguientes condiciones: una tasa de alimentación de líquido de 1 kg/hr, velocidad circunferencial de disco de 6 m/s, perlas de zirconia de 0,5 mm (en diámetro) compactadas a un 80 % en volumen, y 3 pasadas, para preparar de ese modo el [líquido de dispersión de fase oleosa 1].

- 45 Se halló que la concentración de contenido de sólidos del [líquido de dispersión de fase oleosa 1] obtenido era de un 53,2 % en masa (150 °C, 60 min).

- Emulsificación -

- 50 El [líquido de dispersión de fase oleosa 1] (664 partes en masa), el [prepolímero 1] (51 partes en masa), el [compuesto de quetimina 1] (6,7 partes en masa) se colocaron en un recipiente, seguido por un mezclado durante 1 min a 5.000 rpm con una TK HOMOMIXER (producto de PRIMIX Corporation, Ltd.). A continuación de lo anterior, la [fase acuosa 1] (1.200 partes en masa) se añadió al recipiente, y la mezcla resultante se mezcló con la TK HOMOMIXER a 13.000 rpm durante 3 min, para obtener de ese modo la [suspensión emulsionada 1].

- Deformación y desolvatación -

- 60 Un recipiente al que se habían fijado un agitador y un termómetro se cargó con la [suspensión emulsionada 1], que se dejó reposar a 15 °C durante 1 hora. A continuación de lo anterior, la [suspensión emulsionada 1] se desolvató a 30 °C durante 1 hora para obtener la [suspensión de dispersión cromática 1].

- 65 Se halló que la [suspensión de dispersión cromática 1] obtenida tenía un diámetro de partícula promedio en volumen de 5,52 µm y un diámetro de partícula promedio en número de 4,74 µm. Obsérvese que, el diámetro de partícula promedio en volumen y el diámetro de partícula promedio en número de la [suspensión de dispersión cromática 1] se midieron con un aparato COULTER MULTISIZER III (producto de Nikkaki Co., Ltd.).

- Lavado y secado -

La [suspensión de dispersión cromática 1] obtenida (100 partes en masa) se filtró a presión reducida y, a continuación, se sometió dos veces a una serie de los siguientes tratamientos (1) a (4), para obtener de ese modo la [torta de filtración cromática 1]:

(1): agua de intercambio iónico (100 partes en masa) se añadió a la torta de filtración, seguido por un mezclado (a 12.000 rpm durante 10 min) con una TK HOMOMIXER (producto de Tokushu Kika Kogyo Co., Ltd.) y, a continuación, una filtración;

(2): solución de hidróxido de sodio acuoso al 10 % en masa (100 partes en masa) se añadió a la torta de filtración que se obtiene en el punto (1) en lo que antecede, seguido por un mezclado (a 12.000 rpm durante 30 min) con una TK HOMOMIXER y, a continuación, una filtración a presión reducida;

(3): ácido clorhídrico al 10 % en masa (100 partes en masa) se añadió a la torta de filtración que se obtiene en el punto (2) en lo que antecede, seguido por un mezclado (a 12.000 rpm durante 10 min) con una TK HOMOMIXER y, a continuación, una filtración; y

(4): agua de intercambio iónico (300 partes en masa) se añadió a la torta de filtración que se obtiene en el punto (3) en lo que antecede, seguido por un mezclado (a 12.000 rpm durante 10 min) con una TK HOMOMIXER y, a continuación, una filtración.

La [suspensión de dispersión cromática 1] obtenida se secó con una secadora de circulación de aire a 45 °C durante 48 horas y, a continuación, se dio lugar a que pasara a través de un tamiz con un tamaño de malla de 75 µm, para preparar de ese modo las [partículas de base de tóner cromático 1].

Las partículas de base de tóner cromático obtenidas (100 partes en masa) se mezclaron con sílice hidrófoba (0,7 partes en masa) y óxido de titanio hidrófobo (0,3 partes en masa) usando una mezcladora HENSCHHEL (producto de NIPPON COKE & ENGINEERING. CO., LTD.), para obtener de ese modo el [tóner cromático 1].

< Ejemplo de producción 2 de tóner cromático >

El [tóner cromático 2] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 430,6 partes en masa y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 43,8 partes en masa.

< Ejemplo de producción 3 de tóner cromático >

El [tóner cromático 3] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 405,4 partes en masa y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 56,3 partes en masa.

< Ejemplo de producción 4 de tóner cromático >

El [tóner cromático 4] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 385,3 partes en masa y por que la cantidad de la [resina de poliéster cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 104,8 partes en masa.

< Ejemplo de producción 5 de tóner cromático >

El [tóner cromático 5] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 449,8 partes en masa y por que la cantidad de la [resina de poliéster cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 40,3 partes en masa.

< Ejemplo de producción 6 de tóner cromático >

El [tóner cromático 6] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 433,6 partes en masa y por que la cantidad de la cera de carnauba que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 40,3 partes en masa.

< Ejemplo de producción 7 de tóner cromático >

El [tóner cromático 7] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se



cambió a 401,4 partes en masa y por que la cantidad de la cera de carnauba que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 72,5 partes en masa.

< Ejemplo de producción 8 de tóner cromático >

5 El [tóner cromático 8] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 435,8 partes en masa y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 36,2 partes en masa.

10 < Ejemplo de producción 9 de tóner cromático >

15 El [tóner cromático 9] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 420,3 partes en masa, que la cantidad de la [resina de poliéster cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 82,8 partes en masa, y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 62,1 partes en masa.

20 < Ejemplo de producción 10 de tóner cromático >

25 El [tóner cromático 10] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 469,5 partes en masa, que la cantidad de la [resina de poliéster cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 23,8 partes en masa, y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 45 partes en masa.

< Ejemplo de producción 11 de tóner cromático >

30 El [tóner cromático 11] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 287,1 partes en masa, que la cantidad de la [resina de poliéster cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 181,5 partes en masa, y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 60,5 partes en masa.

35 < Ejemplo de producción 12 de tóner cromático >

40 El [tóner cromático 12] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 482 partes en masa, que la cantidad de la [resina de poliéster cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 52,4 partes en masa, y por que la cantidad de la cera de carnauba en la preparación de la fase oleosa se cargó a 4 partes en masa.

< Ejemplo de producción 13 de tóner cromático >

45 El [tóner cromático 13] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 369,2 partes en masa y por que la cantidad de la cera de carnauba en la preparación de la fase oleosa se cargó a 104,8 partes en masa.

50 < Ejemplo de producción 14 de tóner cromático >

- Preparación de líquido de dispersión de poliéster cristalino 1 -

55 La [resina de poliéster cristalina 1] (180 partes en masa) y desionizada (585 partes en masa) se añadieron a un vaso de precipitados de acero inoxidable, que a continuación se sumergió en un baño caliente y se calentó a 95 °C. En el momento en el que la [resina de poliéster cristalina 1] se fundió y la mezcla se volvió transparente, la mezcla se agitó a 10.000 rpm usando un aparato T. K. ROBOMIX (producto de PRIMIX Corporation, Ltd.) y se ajustó en cuanto al pH a 7,0 con amoniaco acuoso al 1 % en masa. A continuación, la mezcla resultante se emulsionó y se dispersó mientras que se estaba añadiendo gota a gota a la misma una solución acuosa diluida (20 partes en masa) que contenía un tensioactivo aniónico (0,8 partes en masa, producto de DAI-ICHI KOGYO SEIYAKU CO., LTD., NEOGEN R-K) y un tensioactivo no iónico (0,2 partes en masa, producto de DAI-ICHI KOGYO SEIYAKU CO., LTD., EMULGEN950), para preparar de ese modo el [líquido de dispersión de poliéster cristalino 1] (contenido en sólidos: 60 11,9 % en masa) que tiene un diámetro de partícula promedio en volumen de 0,8 µm.

65

- Preparación de líquido de dispersión de poliéster no cristalino 1 -

[Líquido de dispersión de poliéster no cristalino 1] (contenido en sólidos: 12,3 % en masa) se preparó de la misma forma que en la preparación del líquido de dispersión de poliéster cristalino 1 excepto por que la [resina de poliéster cristalina 1] se cambió a la [resina de poliéster no cristalina 2] que se sintetizó de la siguiente forma.

- Síntesis de resina de poliéster no cristalina 2 -

Un matraz de dos bocas, que se había secado con calentamiento, se cargó con polioxipropilen(2,2)-2,2-bis(4-hidroxifenil)propano (780 partes en masa), polioxietilen(2,2)-2,2-bis(4-hidroxifenil)propano (18 partes en masa), ácido tereftálico (47 partes en masa), ácido fumárico (24 partes en masa), ácido n-dodecenilsuccínico (24 partes en masa) y óxido de dibutilestaño como un catalizador. Se introdujo gas nitrógeno en el matraz para mantener inactiva la atmósfera del mismo y la temperatura en el mismo se aumentó. Se dejó que los compuestos experimentaran una polimerización de condensación conjunta a 230 °C durante 10 horas. Se redujo de forma gradual la presión del matraz a 230 °C para sintetizar la [resina de poliéster no cristalina 2].

Se halló que la [resina de poliéster no cristalina 2] obtenida tenía un peso molecular promedio en número de 5.800, un peso molecular promedio en peso de 13.400, una temperatura de transición vítrea (Tg) de 55 °C, y un índice de acidez de 16 mg de KOH/g.

- Preparación de líquido de dispersión de pigmento -

Negro de carbono (REGAL 400R, producto de Cabot Corporation) (20 partes en masa), agua de intercambio iónico (80 partes en masa) y un tensioactivo aniónico (4,0 partes en masa, producto de DAI-ICHI KOGYO SEIYAKU CO., LTD., NEOGEN R-K) se añadieron a un recipiente. El pigmento se dispersó usando un molino de perlas (ULTRA VISCOMILL, producto de AIMEX CO., Ltd.) en las siguientes condiciones: una tasa de alimentación de líquido de 1 kg/hr, velocidad circunferencial de disco de 6 m/s, perlas de zirconia de 0,3 mm (en diámetro) compactadas a un 80 % en volumen, y 15 pasadas, para preparar de ese modo el [líquido de dispersión de pigmento] (contenido en sólidos: 19,8 % en masa) que tiene un diámetro de partícula promedio en volumen de 0,07 µm.

- Preparación de líquido de dispersión de cera -

Se mezclaron entre sí cera de carnauba (producto de TOAGOSEI CO., LTD., 20 partes en masa), agua de intercambio iónico (80 partes en masa) y un tensioactivo aniónico (4 partes en masa, producto de DAITCHI KOGYO SEIYAKU CO., LTD., NEOGEN R-K). La mezcla resultante se calentó a 95 °C con agitación y se mantuvo durante 1 hora. Después del enfriamiento, la cera se dispersó usando un molino de perlas (ULTRA VISCOMILL, producto de AIMEX CO., Ltd.) en las siguientes condiciones: una tasa de alimentación de líquido de 1 kg/hr, velocidad circunferencial de disco de 6 m/s, perlas de zirconia de 0,3 mm (en diámetro) compactadas a un 80 % en volumen, y 25 pasadas, para preparar de ese modo el [líquido de dispersión de cera] (contenido en sólidos: 20,8 % en masa) que tiene un diámetro de partícula promedio en volumen de 0,15 µm.

- Preparación de líquido de dispersión de agente de control de carga (CCA) -

Un agente de control de carga (CCA, complejo de ácido salicílico - metal, BONTRON E-84, producto de Orient Chemical Industries, Ltd.) (5 partes en masa), agua de intercambio iónico (95 partes en masa) y un tensioactivo aniónico (0,5 partes en masa, producto de DAI-ICHI KOGYO SEIYAKU CO., LTD., NEOGEN R-K) se añadieron a un recipiente. El agente de control de carga se dispersó usando un molino de perlas (ULTRA VISCOMILL, producto de AIMEX CO., Ltd.) en las siguientes condiciones: una tasa de alimentación de líquido de 1 kg/hr, velocidad circunferencial de disco de 6 m/s, perlas de zirconia de 0,3 mm (en diámetro) compactadas a un 80 % en volumen, y 5 pasadas, para preparar de ese modo el [líquido de dispersión de agente de control de carga (CCA)] (contenido en sólidos: 4,8 % en masa).

- Preparación de tóner -

- El líquido de dispersión de pigmento anterior: 40,8 partes en masa
- El líquido de dispersión de agente de control de carga (CCA) anterior: 20,8 partes en masa
- El líquido de dispersión de poliéster cristalino 1 anterior: 67,2 partes en masa
- El líquido de dispersión de poliéster no cristalino 1 anterior: 634,1 partes en masa
- El líquido de dispersión de cera anterior: 28,8 partes en masa

Estos líquidos se mezclaron entre sí y se agitaron durante 2 horas con DISPER (producto de IKA Co., Ltd.) a una temperatura constante de 25 °C. A continuación, la mezcla obtenida se calentó a 60 °C y se ajustó en cuanto al pH a 7,0 con amoniaco. Además, el líquido de dispersión resultante se calentó a 90 °C y se mantuvo a la misma temperatura durante 6 horas, para obtener de ese modo la [suspensión de dispersión cromática 2].

A continuación, el [tónor cromático 14] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tónor cromático excepto por que la [suspensión de dispersión cromática 1] en el lavado y el secado se cambió a la [suspensión de dispersión cromática 2].

5 < Ejemplo de producción 15 de tónor cromático >

- La resina de poliéster cristalina 1 anterior: 6,4 partes en masa
- La resina de poliéster no cristalina 2 anterior: 86 partes en masa
- El negro de carbono (producto de Cabot Corporation, REGAL 400R) anterior: 8,7 partes en masa
- 10 • El agente de control de carga anterior (CCA, complejo de ácido salicílico - metal, BONTRON E-84, producto de Orient Chemical Industries, Ltd.): 1 parte en masa
- Cera de carnauba (producto de TOAGOSEI CO., LTD.): 6,5 partes en masa

15 Los materiales en bruto de tónor que se han enumerado en lo que antecede se mezclaron de forma minuciosa entre sí usando una SÚPER MEZCLADORA (SMV-200, producto de KAWATA MFG Co., Ltd.), para obtener de ese modo una mezcla de material en bruto de polvo de tónor. La mezcla de material en bruto de polvo de tónor se alimentó a una tolva de alimentación de material en bruto de BUSS COKNEADER (TCS-100, producto de BUSS Co., Ltd.) y se amasó a una tasa de alimentación de 120 kg/hora.

20 El producto amasado obtenido se sometió a calandrado y se enfrió usando un enfriador de doble cabezal. El producto tratado se pulverizó de forma gruesa con un molino de martillos y, a continuación, se pulverizó de forma fina con un molino de tipo de flujo de aire por chorro (MOLINO DE CHORRO I-20, producto de Nippon Pneumatic Co.). El producto pulverizado se trató con un clasificador accionado por viento (clasificador DS-20-DS-10, producto de Nippon Pneumatic Co.) para clasificar el polvo fino. El producto resultante se dejó reposar a 50 °C durante 24

25 horas para su recocado, para obtener de ese modo el [tónor cromático 15].

< Ejemplo de producción 16 de tónor cromático >

30 El [tónor cromático 16] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tónor cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 441,6 partes en masa y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 27,8 partes en masa.

< Ejemplo de producción 17 de tónor cromático >

35 El [tónor cromático 17] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tónor cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 327,1 partes en masa, la cantidad de la [resina de poliéster cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 170,8 partes en masa, y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la

40 emulsificación se cambió a 36,2 partes en masa.

< Ejemplo de producción 18 de tónor cromático >

45 El [tónor cromático 18] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tónor cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 497,9 partes en masa, la cantidad de la [resina de poliéster cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 0 partes en masa, y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 36,2 partes en masa.

50 < Ejemplo de producción 19 de tónor cromático >

El [tónor cromático 19] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tónor cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 455,9 partes en masa, la cantidad de la [resina de poliéster cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 57,5 partes en masa, y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la

55 emulsificación se cambió a 7,2 partes en masa.

< Ejemplo de producción 20 de tónor cromático >

60 El [tónor cromático 20] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tónor cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 471,8 partes en masa y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 71,7 partes en masa.

65

< Ejemplo de producción 21 de tóner cromático >

5 El [tóner cromático 21] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 475,3 partes en masa y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 31,2 partes en masa.

< Ejemplo de producción 22 de tóner cromático >

10 El [tóner cromático 22] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 452,8 partes en masa y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 69,1 partes en masa.

15 Las tablas 1-1 y 1-2 presentan: las cantidades de la resina de poliéster cristalina, la cera que sirve como un agente de liberación, y el prepolímero que se calcularon a partir de sus cantidades cargadas en los ejemplos de producción 1 a 22 de tóneres cromáticos; la cantidad de materia insoluble en tetrahidrofurano (THF) que se mide mediante los siguientes métodos; y los diámetros de partícula promedio en volumen y las relaciones (Dv/Dn) de los tóneres cromáticos.

20 « Cantidad de materia insoluble en tetrahidrofurano (THF) »

25 Cada uno (3 g) de los tóneres cromáticos de los conjuntos de tóner se pesó y se definió como A (g). A continuación, el tóner cromático se cargó en un papel de filtro cilíndrico (diámetro interior: 24 mm) que tiene una masa conocida, y el papel de filtro cilíndrico se fijó a un tubo de extracción. A continuación, se añadió tetrahidrofurano (THF) (200 ml) a un matraz. El matraz equipado con un condensador se sumergió en un calentador con camisa, y el THF se sometió a reflujo a 60 °C. El THF se añadió gota a gota al tóner cromático a través del condensador, y la materia soluble en THF de del tóner cromático se extrajo en el matraz. Después de la extracción a 60 °C durante 8 horas, el THF que sirve como un líquido para la extracción se evaporó a presión reducida, y se pesó el residuo que queda sobre el

30 papel de filtro cilíndrico (la materia insoluble en THF). El valor obtenido se definió como B (g). La medición que se ha descrito en lo que antecede para los valores A y B se realizó 5 veces en total. Cada uno de los valores A y B fue un promedio de 5 valores que se obtienen en las mediciones realizadas 5 veces.

35 Los valores A y B que se obtienen de este modo se asignaron a la siguiente fórmula para calcular una cantidad de materia insoluble en THF (% en masa).

$$\text{Cantidad de materia insoluble en THF (\% en masa)} = (B/A) \times 100$$

40 << Diámetro de partícula promedio en volumen Dv y relación (Dv/Dn) >>

El diámetro de partícula promedio en volumen (Dv), el diámetro de partícula promedio en número (Dn) y la relación (Dv/Dn) de los tóneres cromáticos en los conjuntos de tóner se obtuvieron a partir de su distribución de tamaño de partícula que se mide usando un aparato COULTER MULTISIZER III (producto de Beckman Coulter, Inc.) conectado con un ordenador personal PC9801 (producto de NEC Co.) por medio de una interfaz (producto de The Institute of Japanese Union of Scientists & Engineers), que emite distribuciones en número y en volumen.

50 En concreto, en primer lugar, un tensioactivo (sulfonato de alquilbenceno) (de 0,1 ml a 5 ml) se añadió como un agente de dispersión a una solución de electrolito (de 100 ml a 150 ml). En el presente caso, la solución de electrolito fue ISOTON-II (producto de Beckman Coulter, Inc.) que es una solución acuosa al 1 % en masa que se preparó usando cloruro de sodio de 1ª calidad.

Posteriormente, una muestra (de 2 mg a 20 mg) se suspendió en la solución de electrolito que se ha obtenido en lo que antecede. La solución de electrolito resultante se dispersó con un dispersador de ondas ultrasónicas durante de 1 min a 3 min. El líquido de dispersión que se obtiene de este modo se analizó usando una abertura de 100 µm para

55 medir el número y el volumen del tóner cromático. A continuación, la distribución de tamaño de partícula en volumen y la distribución de tamaño de partícula en número se calcularon a partir de los valores obtenidos.

60 En esta medición, se usaron 13 canales: de 2,00 µm (inclusive) a 2,52 µm (no inclusive); de 2,52 µm (inclusive) a 3,17 µm (no inclusive); de 3,17 µm (inclusive) a 4,00 µm (no inclusive); de 4,00 µm (inclusive) a 5,04 µm (no inclusive); de 5,04 µm (inclusive) a 6,35 µm (no inclusive); de 6,35 µm (inclusive) a 8,00 µm (no inclusive); de 8,00 µm (inclusive) a 10,08 µm (no inclusive); de 10,08 µm (inclusive) a 12,70 µm (no inclusive); de 12,70 µm (inclusive) a 16,00 µm (no inclusive); de 16,00 µm (inclusive) a 20,20 µm (no inclusive); de 20,20 µm (inclusive) a 25,40 µm (no inclusive); de 25,40 µm (inclusive) a 32,00 µm (no inclusive); y de 32,00 µm (inclusive) a 40,30 µm (no inclusive); es decir, se sometieron a la medición unas partículas que tienen un diámetro de partícula de 2,00 µm (inclusive) a 40,30

65 µm (no inclusive).

ES 2 586 696 T3

Tabla 1-1

	Cantidad de cera (% en masa)	Cantidad de resina de poliéster cristalina (% en masa)	Cantidad de materia insoluble en THF (% en masa)	Diámetro de partícula promedio en volumen Dv (µm)	Relación (Dv/Dn)
Tóner cromático 1	6	8	19,1	5,1	1,15
Tóner cromático 2	6	8	16,6	5,0	1,17
Tóner cromático 3	6	8	20,7	4,8	1,19
Tóner cromático 4	6	13	19,3	5,5	1,14
Tóner cromático 5	6	5	18,6	4,5	1,15
Tóner cromático 6	5	8	18,4	5,7	1,18
Tóner cromático 7	9	8	18,4	5,5	1,17
Tóner cromático 8	6	8	14,0	5,1	1,16
Tóner cromático 9	6	10	22,5	5,4	1,15
Tóner cromático 10	6	3	17,2	5,2	1,14
Tóner cromático 11	8	20	22,1	5,8	1,23
Tóner cromático 12	0,5	6,5	19,3	5,1	1,17
Tóner cromático 13	13	8	19,0	5,2	1,21
Tóner cromático 14	6	8	18,2	6,1	1,25
Tóner cromático 15	6	8	17,3	8,2	1,32
Tóner cromático 16	6	8	11,4	5,4	1,14
Tóner cromático 17	6	22	14,2	5,8	1,21
Tóner cromático 18	6	0	14,1	5,1	1,19
Tóner cromático 19	6	8	3,1	4,8	1,15
Tóner cromático 20	6	8	25,4	5,0	1,18
Tóner cromático 21	6	8	12,2	4,5	1,16
Tóner cromático 22	6	8	24,6	5,0	1,18

Tabla 1-2

	Cantidad de prepolímero cargado (partes en masa)	Cantidad de prepolímero cargado (% en masa)
Tóner cromático 1	51,0	12,5
Tóner cromático 2	43,8	11,0
Tóner cromático 3	56,3	14,0
Tóner cromático 4	51,0	12,5
Tóner cromático 5	51,0	12,5
Tóner cromático 6	51,0	12,5
Tóner cromático 7	51,0	12,5
Tóner cromático 8	36,2	9,0
Tóner cromático 9	62,1	15,0
Tóner cromático 10	45,0	11,5
Tóner cromático 11	60,5	15,0
Tóner cromático 12	51,0	12,5
Tóner cromático 13	51,0	12,5
Tóner cromático 14	-	-
Tóner cromático 15	-	-
Tóner cromático 16	27,8	7,3
Tóner cromático 17	36,2	9,3
Tóner cromático 18	36,2	9,3
Tóner cromático 19	7,2	2,0
Tóner cromático 20	71,7	17,0
Tóner cromático 21	31,2	8,1
Tóner cromático 22	69,1	16,4
*La cantidad de prepolímero en la tabla 1-2 es la misma que la de la resina de poliéster modificada.		

< Ejemplo de producción 1 de tóner transparente >

- 5 El [tóner transparente 1] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [mezcla madre 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 0 partes en masa, la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 534,2 partes en masa, la cantidad de la cera de carnauba que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 59,9 partes en masa, la cantidad de la [resina de poliéster cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 89,9 partes en masa, y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 22,5 partes en masa.
- 10

< Ejemplo de producción 2 de tóner transparente >

5 El [tóner transparente 2] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 535,1 partes en masa y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 17,7 partes en masa.

< Ejemplo de producción 3 de tóner transparente >

10 El [tóner transparente 3] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 531,5 partes en masa y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 28,4 partes en masa.

15 < Ejemplo de producción 4 de tóner transparente >

20 El [tóner transparente 4] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 519,2 partes en masa y por que la cantidad de la [resina de poliéster cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 104,8 partes en masa.

< Ejemplo de producción 5 de tóner transparente >

25 El [tóner transparente 5] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 579,1 partes en masa y por que la cantidad de la [resina de poliéster cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 44,9 partes en masa.

30 < Ejemplo de producción 6 de tóner transparente >

35 El [tóner transparente 6] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 549,1 partes en masa y por que la cantidad de la cera de carnauba que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 44,9 partes en masa.

< Ejemplo de producción 7 de tóner transparente >

40 El [tóner transparente 7] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 519,2 partes en masa y por que la cantidad de la cera de carnauba que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 74,9 partes en masa.

< Ejemplo de producción 8 de tóner transparente >

45 El [tóner transparente 8] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 525,1 partes en masa, la cantidad de la cera de carnauba que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 72,5 partes en masa, y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 10,4 partes en masa.

50 < Ejemplo de producción 9 de tóner transparente >

55 El [tóner transparente 9] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 528 partes en masa y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 36,2 partes en masa.

< Ejemplo de producción 10 de tóner transparente >

60 El [tóner transparente 10] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 590,4 partes en masa y por que la cantidad de la [resina de poliéster cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 33,7 partes en masa.

65

< Ejemplo de producción 11 de tóner transparente >

5 El [tóner transparente 11] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 451,8 partes en masa, la cantidad de la cera de carnauba que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 82,4 partes en masa, y por que la cantidad de la [resina de poliéster cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 149,8 partes en masa.

< Ejemplo de producción 12 de tóner transparente >

10 El [tóner transparente 12] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 596,3 partes en masa, la cantidad de la cera de carnauba que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 11,4 partes en masa, la cantidad de la [resina de poliéster cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 76 partes en masa, y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 27,8 partes en masa.

< Ejemplo de producción 13 de tóner transparente >

20 El [tóner transparente 13] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 489,3 partes en masa y por que la cantidad de la cera de carnauba que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 104,8 partes en masa.

25 < Ejemplo de producción 14 de tóner transparente >

El [tóner transparente 14] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 14 de tóner cromático excepto por que el [líquido de dispersión de poliéster no cristalino 1] se cambió al [líquido de dispersión de poliéster no cristalino 2] que se preparó de la siguiente forma y por que no se añadió el líquido de dispersión de pigmento.

30 - Preparación de [líquido de dispersión de poliéster no cristalino 2] -

El [líquido de dispersión de poliéster no cristalino 2] se preparó de la misma forma que en la preparación del líquido de dispersión de poliéster cristalino 1 excepto por que la [resina de poliéster cristalina 1] (180 partes en masa) se cambió a la [resina de poliéster no cristalina 1] (80 partes en masa) y la [resina de poliéster no cristalina 2] (100 partes en masa).

< Ejemplo de producción 15 de tóner transparente >

40 El [tóner transparente 15] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 15 de tóner cromático excepto por que el negro de carbono se cambió a la [resina de poliéster no cristalina 2].

< Ejemplo de producción 16 de tóner transparente >

45 El [tóner transparente 16] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 524 partes en masa y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 45 partes en masa.

50 < Ejemplo de producción 17 de tóner transparente >

El [tóner transparente 17] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 621,1 partes en masa, la cantidad de la [resina de poliéster cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 0 partes en masa, y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 36,2 partes en masa.

< Ejemplo de producción 18 de tóner transparente >

60 El [tóner transparente 18] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 540 partes en masa, la cantidad de la [resina de poliéster cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 86,8 partes en masa, y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 9,6 partes en masa.

65



< Ejemplo de producción 19 de tóner transparente >

5 El [tóner transparente 19] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 507,8 partes en masa y por que la cantidad del [prepolímero 1] que se cargó en la emulsificación se cambió a 80,8 partes en masa.

< Ejemplo de producción 20 de tóner transparente >

10 El [tóner transparente 20] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo de producción 1 de tóner cromático excepto por que la cantidad de la [resina de poliéster no cristalina 1] que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 590,1 partes en masa y por que la cantidad de la cera de carnauba que se cargó en la preparación de la fase oleosa se cambió a 0 partes en masa.

15 Las tablas 2-1 y 2-2 presentan: las cantidades de la resina de poliéster cristalina, la cera que sirve como un agente de liberación, y el prepolímero que se calcularon a partir de sus cantidades cargadas en los ejemplos de producción 1 a 20 de tóneres transparentes; la cantidad de materia insoluble en tetrahidrofurano (THF) que se mide mediante el mismo método que en los tóneres cromáticos; y los diámetros de partícula promedio en volumen y las relaciones (Dv/Dn) de los tóneres transparentes.

20

Tabla 2-1

	Cantidad de cera (% en masa)	Cantidad de resina de poliéster cristalina (% en masa)	Cantidad de materia insoluble en THF (% en masa)	Diámetro de partícula promedio en volumen Dv (µm)	Relación (Dv/Dn)
Tóner transparente 1	8	12	9,2	5,0	1,14
Tóner transparente 2	8	12	7,2	5,4	1,16
Tóner transparente 3	8	12	11,2	5,0	1,14
Tóner transparente 4	8	14	9,0	5,8	1,18
Tóner transparente 5	8	6	9,5	4,6	1,18
Tóner transparente 6	6	12	8,4	5,1	1,17
Tóner transparente 7	10	12	8,8	5,2	1,15
Tóner transparente 8	10	12	4,3	4,4	1,15
Tóner transparente 9	8	12	14,7	4,9	1,19
Tóner transparente 10	8	4,5	9,3	5,8	1,20
Tóner transparente 11	11	20	9,1	4,5	1,19
Tóner transparente 12	1,5	10	11,4	5,7	1,18
Tóner transparente 13	14	12	9,1	5,0	1,15
Tóner transparente 14	8	12	8,2	6,2	1,23
Tóner transparente 15	8	12	7,8	7,4	1,33

	Cantidad de cera (% en masa)	Cantidad de resina de poliéster cristalina (% en masa)	Cantidad de materia insoluble en THF (% en masa)	Diámetro de partícula promedio en volumen Dv (µm)	Relación (Dv/Dn)
Tóner transparente 16	8	12	17,8	5,1	1,15
Tóner transparente 17	8	0	14,5	5,3	1,16
Tóner transparente 18	8	12	4,0	4,9	1,15
Tóner transparente 19	8	12	28,1	4,5	1,18
Tóner transparente 20	0	12	14,4	4,8	1,16

Tabla 2-2

	Cantidad de prepolímero cargado (partes en masa)	Cantidad de prepolímero cargado (% en masa)
Tóner transparente 1	22,5	6,0
Tóner transparente 2	17,7	4,5
Tóner transparente 3	28,4	7,5
Tóner transparente 4	22,5	6,0
Tóner transparente 5	22,5	6,0
Tóner transparente 6	22,5	6,0
Tóner transparente 7	22,5	6,0
Tóner transparente 8	10,4	3,0
Tóner transparente 9	36,2	9,5
Tóner transparente 10	22,5	6,0
Tóner transparente 11	22,5	6,0
Tóner transparente 12	27,8	7,4
Tóner transparente 13	22,5	6,0
Tóner transparente 14	-	-
Tóner transparente 15	-	-
Tóner transparente 16	45,0	11,3
Tóner transparente 17	36,2	9,5
Tóner transparente 18	9,6	2,7
Tóner transparente 19	80,8	18,7
Tóner transparente 20	22,5	6,0

\*La cantidad de prepolímero en la tabla 2-2 es la misma que la de la resina de poliéster modificada.

(Los ejemplos 1 a 19 y los ejemplos comparativos 1 a, los ejemplos 11 y 19 son ejemplos de referencia)

5

Se prepararon unos conjuntos de tóner de acuerdo con combinaciones de los tóneres cromáticos y los tóneres transparentes que se presentan en la tabla 3. La tabla 3 presenta las combinaciones de los tóneres cromáticos y los tóneres transparentes, y las relaciones de la materia insoluble en THF de los tóneres transparentes con respecto a la materia insoluble en THF de los tóneres cromáticos.

10

Tabla 3 (los ejemplos 11 y 19 son ejemplos de referencia)

	Conjunto de tóner	Tóner transparente		Tóner cromático		Relación de cantidades de materia insoluble en THF
		n.º	Cantidad de materia insoluble en THF (% en masa)	n.º	Cantidad de materia insoluble en THF (% en masa)	
Ej. 1	Conjunto de tóner 1	1	9,2	1	19,1	0,48
Ej. 2	Conjunto de tóner 2	2	7,2	2	16,6	0,43
Ej. 3	Conjunto de tóner 3	3	11,2	3	20,7	0,54
Ej. 4	Conjunto de tóner 4	4	9,0	4	19,3	0,47
Ej. 5	Conjunto de tóner 5	5	9,5	5	18,6	0,51
Ej. 6	Conjunto de tóner 6	6	8,4	6	18,4	0,46
Ej. 7	Conjunto de tóner 7	7	8,8	7	18,4	0,48
Ej. 8	Conjunto de tóner 8	8	4,3	8	14,0	0,31
Ej. 9	Conjunto de tóner 9	9	14,7	9	22,5	0,65
Ej. 10	Conjunto de tóner 10	10	9,3	10	17,2	0,54
Ej. 11	Conjunto de tóner 11	11	9,1	11	22,1	0,41
Ej. 12	Conjunto de tóner 12	12	11,4	12	19,3	0,59
Ej. 13	Conjunto de tóner 13	13	9,1	13	19,0	0,48
Ej. 14	Conjunto de tóner 14	3	11,2	2	16,6	0,67
Ej. 15	Conjunto de tóner 15	14	8,2	14	18,2	0,45
Ej. 16	Conjunto de tóner 16	15	7,8	15	17,3	0,45
Ej. 17	Conjunto de tóner 17	15	7,8	21	12,2	0,64
Ej. 18	Conjunto de tóner 18	1	9,2	22	24,6	0,37
Ej. 19	Conjunto de tóner 19	3	11,2	4	19,3	0,58
Ej. comp. 1	Conjunto de tóner 20	9	14,7	8	14,0	1,05
Ej. comp. 2	Conjunto de tóner 21	16	17,8	16	11,4	1,56
Ej. comp. 3	Conjunto de tóner 22	17	14,5	8	14,0	1,04
Ej. comp. 4	Conjunto de tóner 23	9	14,7	17	14,2	1,04
Ej. comp. 5	Conjunto de tóner 24	9	14,7	18	14,1	1,04
Ej. comp. 6	Conjunto de tóner 25	18	4,0	19	3,1	1,29
Ej. comp. 7	Conjunto de tóner 26	19	28,1	20	25,4	1,11
Ej. comp. 8	Conjunto de tóner 27	20	14,4	8	14,0	1,03

Tabla 4 (los ejemplos 11 y 19 son ejemplos de referencia)

	Conjunto de tóner	Tóner transparente		Tóner cromático	
		n.º	Cantidad de resina de poliéster cristalina (% en masa)	n.º	Cantidad de resina de poliéster cristalina (% en masa)
Ej. 1	Conjunto de tóner 1	1	12	1	8
Ej. 2	Conjunto de tóner 2	2	12	2	8
Ej. 3	Conjunto de tóner 3	3	12	3	8
Ej. 4	Conjunto de tóner 4	4	14	4	13
Ej. 5	Conjunto de tóner 5	5	6	5	5
Ej. 6	Conjunto de tóner 6	6	12	6	8
Ej. 7	Conjunto de tóner 7	7	12	7	8
Ej. 8	Conjunto de tóner 8	8	12	8	8

	Conjunto de tóner	Tóner transparente		Tóner cromático	
		n.º	Cantidad de resina de poliéster cristalina (% en masa)	n.º	Cantidad de resina de poliéster cristalina (% en masa)
Ej. 9	Conjunto de tóner 9	9	12	9	10
Ej. 10	Conjunto de tóner 10	10	4,5	10	3
Ej. 11	Conjunto de tóner 11	11	20	11	20
Ej. 12	Conjunto de tóner 12	12	10	12	6,5
Ej. 13	Conjunto de tóner 13	13	12	13	8
Ej. 14	Conjunto de tóner 14	3	12	2	8
Ej. 15	Conjunto de tóner 15	14	12	14	8
Ej. 16	Conjunto de tóner 16	15	12	15	8
Ej. 17	Conjunto de tóner 17	15	12	21	8
Ej. 18	Conjunto de tóner 18	1	12	22	8
Ej. 19	Conjunto de tóner 19	3	12	4	13
Ej. comp. 1	Conjunto de tóner 20	9	12	8	8
Ej. comp. 2	Conjunto de tóner 21	16	12	16	8
Ej. comp. 3	Conjunto de tóner 22	17	0	8	8
Ej. comp. 4	Conjunto de tóner 23	9	12	17	22
Ej. comp. 5	Conjunto de tóner 24	9	12	18	0
Ej. comp. 6	Conjunto de tóner 25	18	12	19	8
Ej. comp. 7	Conjunto de tóner 26	19	12	20	8
Ej. comp. 8	Conjunto de tóner 27	20	12	8	8

Tabla 5 (los ejemplos 11 y 19 son ejemplos de referencia)

	Conjunto de tóner	Tóner transparente		Tóner cromático	
		n.º	Cantidad de cera (% en masa)	n.º	Cantidad de cera (% en masa)
Ej. 1	Conjunto de tóner 1	1	8	1	6
Ej. 2	Conjunto de tóner 2	2	8	2	6
Ej. 3	Conjunto de tóner 3	3	8	3	6
Ej. 4	Conjunto de tóner 4	4	8	4	6
Ej. 5	Conjunto de tóner 5	5	8	5	6
Ej. 6	Conjunto de tóner 6	6	6	6	5
Ej. 7	Conjunto de tóner 7	7	6	7	8
Ej. 8	Conjunto de tóner 8	8	10	8	6
Ej. 9	Conjunto de tóner 9	9	8	9	6
Ej. 10	Conjunto de tóner 10	10	8	10	6
Ej. 11	Conjunto de tóner 11	11	11	11	8
Ej. 12	Conjunto de tóner 12	12	1,5	12	0,5
Ej. 13	Conjunto de tóner 13	13	14	13	13
Ej. 14	Conjunto de tóner 14	3	8	2	6
Ej. 15	Conjunto de tóner 15	14	8	14	6
Ej. 16	Conjunto de tóner 16	15	8	15	6
Ej. 17	Conjunto de tóner 17	15	8	21	6
Ej. 18	Conjunto de tóner 18	1	8	22	6

Ej. 19	Conjunto de tóner 19	3	8	4	6
Ej. comp. 1	Conjunto de tóner 20	9	8	8	6
Ej. comp. 2	Conjunto de tóner 21	16	8	16	6
Ej. comp. 3	Conjunto de tóner 22	17	8	8	6
Ej. comp. 4	Conjunto de tóner 23	9	8	17	6
Ej. comp. 5	Conjunto de tóner 24	9	8	18	6
Ej. comp. 6	Conjunto de tóner 25	18	8	19	6
Ej. comp. 7	Conjunto de tóner 26	19	8	20	6
Ej. comp. 8	Conjunto de tóner 27	20	0	8	6

< Ejemplo de producción de medio de soporte >

5 Una resina de silicona (silicona organolínea, producto de Shin-Etsu Silicone Co., Ltd.) (100 partes en masa),  $\gamma$ -(2-aminoetil)aminopropiltrimetoxisilano (5 partes en masa) y negro de carbono (10 partes en masa) se añadieron a tolueno (100 partes en masa). La mezcla resultante se dispersó con una HOMOMIXER durante 20 min para preparar un líquido de revestimiento de capa de resina.

10 A continuación, un aparato de revestimiento de lecho fluidizado se usó para aplicar como revestimiento el líquido de revestimiento de capa de resina sobre la superficie de magnetita esférica (1.000 partes en masa) que tiene un diámetro de partícula promedio en volumen de 50  $\mu\text{m}$ , mediante lo cual se produjo un medio de soporte.

< Producción de conjunto de agente de revelado >

15 Cada (5 partes en masa) del tóner transparente y el tóner cromático de cada uno de los conjuntos de tóner se mezcló con el medio de soporte (95 partes en masa) usando un molino de bolas para producir de ese modo unos conjuntos de agente de revelado de dos componentes.

20 Los conjuntos de agente de revelado de dos componentes producidos se evaluaron para determinar propiedades de la siguiente forma. Los resultados se presentan en la tabla 4.

< Evaluación de capacidad de fijación >

25 Cada uno de los conjuntos de agente de revelado de dos componentes producidos se evaluó para determinar la capacidad de fijación usando un aparato de formación de imagen (IMAGIO 6000RC, producto de Ricoh Company, Ltd.) que podría imprimir sesenta hojas de papel de tamaño A4 por minuto y se modificó de tal modo que la temperatura de su rodillo de fijación podría ser variable. Este aparato de formación de imagen se ajustó de tal modo que se formaron unas imágenes sólidas del tóner transparente y el tóner cromático del conjunto de tóner sobre unas  
30 hojas de papel de transferencia de papel normal (Tipo 6200, producto de Ricoh Company, Ltd.) y sobre unas hojas de papel de transferencia de papel grueso (hoja de papel de copia <135>, producto de Ricoh Company, Ltd.) en las que cada una de las imágenes sólidas portó el tóner a  $1,0 \text{ mg/cm}^2 \pm 0,1 \text{ mg/cm}^2$ . A continuación, el papel normal se usó para medir una temperatura de offset en caliente que es una temperatura a la cual no tuvo lugar offset alguno. Mientras tanto, el papel grueso se usó para medir una temperatura fijable mínima.

35 - Resistencia de offset en caliente -

Una imagen sólida que tiene un tamaño de 3 cm x 8 cm se reveló sobre el papel normal anterior en el que la imagen sólida portó cada uno del tóner transparente y el tóner cromático a  $1,0 \text{ mg/cm}^2 \pm 0,1 \text{ mg/cm}^2$ , seguido por una  
40 fijación. La temperatura de offset en caliente del tóner cromático se definió como una temperatura del rodillo de fijación a la cual la transferencia de color de la imagen sólida fijada a una porción que no tiene imagen alguna se podría confirmar visualmente. La resistencia de offset en caliente del tóner cromático se evaluó a partir de la temperatura de offset en caliente de acuerdo con los siguientes criterios de evaluación. La temperatura de offset en caliente del tóner transparente se definió como una temperatura del rodillo de fijación a la cual la transferencia de  
45 brillo por el tóner transparente al papel normal se podría confirmar visualmente. La resistencia de offset en caliente del tóner transparente se evaluó a partir de la temperatura de offset en caliente de acuerdo con los siguientes criterios de evaluación.

[Criterios de evaluación de resistencia de offset en caliente]

50 A: Las temperaturas de offset en caliente del tóner transparente y el tóner cromático eran ambas de 175 °C o más altas.  
B: La temperatura de offset en caliente de o bien el tóner transparente o bien el tóner cromático fue de 165 °C o más alta pero más baja que 175 °C.  
C: La temperatura de offset en caliente de o bien el tóner transparente o bien el tóner cromático fue más baja que

165 °C.

- Capacidad de fijación a baja temperatura -

5 Una imagen sólida se fijó sobre las hojas de papel de transferencia anteriores de papel grueso. La temperatura fijable mínima del tóner cromático se definió como una temperatura del rodillo de fijación a la cual la transferencia de color de la imagen sólida fijada a una porción que no tiene imagen alguna se podría confirmar visualmente. La capacidad de fijación a baja temperatura del tóner cromático se evaluó a partir de la temperatura fijable mínima de acuerdo con los siguientes criterios de evaluación. La temperatura fijable mínima del tóner transparente se definió  
10 como una temperatura del rodillo de fijación a la cual la transferencia de brillo por el tóner transparente a las hojas de papel de transferencia se podría confirmar visualmente. La capacidad de fijación a baja temperatura del tóner transparente se evaluó a partir de la temperatura fijable mínima de acuerdo con los siguientes criterios de evaluación.

15 [Criterios de evaluación de resistencia de offset en caliente]

A: Las temperaturas fijables mínimas del tóner transparente y el tóner cromático eran ambas más bajas que 120 °C.

20 B: La temperatura fijable mínima de o bien el tóner transparente o bien el tóner cromático fue de 120 °C o más alta pero más baja que 130 °C.

C: La temperatura fijable mínima de o bien el tóner transparente o bien el tóner cromático fue de 130 °C o más alta.

< Evaluación de brillo >

25 Una imagen se formó usando cada conjunto de tóner tal como sigue. En concreto, una imagen sólida del tóner cromático se formó sobre una hoja de papel de revestimiento de acabado brillante POD (gramaje: 128 g/m<sup>2</sup>, producto de Oji Paper Co., Ltd.) en el que la imagen sólida portó el tóner cromático a 0,4 mg/cm<sup>2</sup>. A continuación, una imagen sólida del tóner transparente se formó sobre la imagen sólida del tóner cromático en el que la imagen  
30 sólida portó el tóner transparente a 0,4 mg/cm<sup>2</sup>. La imagen formada se fijó a una temperatura de fijación de 180 °C y una anchura de línea de presión de 20 mm y, a continuación, se midió para determinar el brillo de 60 grados con un ángulo de incidencia de la luz de 60°. Obsérvese que, se halló que el espesor promedio de la capa de tóner transparente después de la fijación era de 6,2 µm.

35 El brillo se determinó como un brillo promedio usando un medidor de brillo (producto de NIPPON DENSHOKU INDUSTRIES Co., LTD, MEDIDOR DE BRILLO VGS-1D). El brillo promedio se determinó al promediar los brillos de 60 grados que se miden en cualesquiera 10 ubicaciones sobre la imagen con un ángulo de incidencia de la luz de 60°, y se evaluó de acuerdo con los siguientes criterios de evaluación.

40 [Criterios de evaluación de brillo]

A: El brillo promedio fue de 80° o más alto.

B: El brillo promedio fue de 50° o más alto pero más baja que 80°.

C: El brillo promedio fue de más baja que 50°.

45 A continuación, una imagen sólida se formó usando cada tóner cromático sobre una hoja de papel de revestimiento de acabado brillante POD (gramaje: 128 g/m<sup>2</sup>, producto de Oji Paper Co., Ltd.) en el que la imagen sólida portó el tóner cromático a 0,4 mg/cm<sup>2</sup>. La imagen formada se fijó a una temperatura de fijación de 180 °C y una anchura de línea de presión de 20 mm y, a continuación, se midió para determinar el brillo de 60 grados de la misma forma que se ha descrito en lo que antecede, para determinar de ese modo un brillo promedio. La diferencia entre el brillo  
50 promedio de la imagen sólida del tóner cromático y el brillo promedio de la imagen fijada, en la que la imagen sólida del tóner transparente se formó sobre la imagen sólida del tóner cromático, se evaluó de acuerdo con los siguientes criterios de evaluación.

55 [Criterios de evaluación de diferencia en cuanto a brillo]

A: - La diferencia entre los brillos promedio fue de 60° o más alta.

B: La diferencia entre los brillos promedio fue de 40° o más alta pero más baja que 60°.

C: La diferencia entre los brillos promedio fue de más baja que 40°.

60

< Evaluación global >

La evaluación global se realizó de acuerdo con los siguientes criterios.

65 A: A en la totalidad de los puntos.

B: Hay al menos una B pero no hay C alguna.

C: Hay al menos una C.

Tabla 4 (los ejemplos 11 y 19 son ejemplos de referencia)

	Conjunto de tóner	Brillo promedio	Diferencia en cuanto al brillo	Capacidad de fijación		Evaluación global
				Resistencia de offset en caliente	Capacidad de fijación a baja temp.	
Ej. 1	Conjunto de tóner 1	A	A	A	A	A
Ej. 2	Conjunto de tóner 2	A	A	A	A	A
Ej. 3	Conjunto de tóner 3	A	A	A	A	A
Ej. 4	Conjunto de tóner 4	A	A	A	A	A
Ej. 5	Conjunto de tóner 5	A	A	A	A	A
Ej. 6	Conjunto de tóner 6	A	A	A	A	A
Ej. 7	Conjunto de tóner 7	A	A	A	A	A
Ej. 8	Conjunto de tóner 8	A	A	B	A	B
Ej. 9	Conjunto de tóner 9	B	B	A	B	B
Ej. 10	Conjunto de tóner 10	B	A	A	B	B
Ej. 11	Conjunto de tóner 11	A	A	B	A	B
Ej. 12	Conjunto de tóner 12	A	B	B	B	B
Ej. 13	Conjunto de tóner 13	A	A	A	B	B
Ej. 14	Conjunto de tóner 14	A	B	B	B	B
Ej. 15	Conjunto de tóner 15	A	A	B	B	B
Ej. 16	Conjunto de tóner 16	A	A	B	A	B
Ej. 17	Conjunto de tóner 17	A	B	B	A	B
Ej. 18	Conjunto de tóner 18	B	A	A	B	B
Ej. 19	Conjunto de tóner 19	A	B	A	A	B
Ej. comp. 1	Conjunto de tóner 20	B	C	B	A	C
Ej. comp. 2	Conjunto de tóner 21	C	C	A	A	C
Ej. comp. 3	Conjunto de tóner 22	C	C	A	A	C
Ej. comp. 4	Conjunto de tóner 23	B	C	C	A	C
Ej. comp. 5	Conjunto de tóner 24	B	C	A	C	C
Ej. comp. 6	Conjunto de tóner 25	A	C	C	A	C
Ej. comp. 7	Conjunto de tóner 26	C	C	A	C	C
Ej. comp. 8	Conjunto de tóner 27	B	C	C	A	C

- 5 Tal como es evidente a partir de la Tabla 4, se halló que los ejemplos 1 a 19 proporcionaron los conjuntos de tóner, que contienen, cada uno, el tóner transparente y el tóner cromático, que eran excelentes en cuanto a la resistencia de offset en caliente, capaces de asegurar una gran diferencia en cuanto al brillo, y mostraron tanto un brillo promedio alto como una capacidad de fijación satisfactoria.

## REIVINDICACIONES

1. Un conjunto de tóner, que comprende:

- 5 al menos un tóner cromático que contiene un colorante; y  
un tóner transparente que no contiene colorante alguno,  
en el que cada uno del tóner cromático y el tóner transparente incluye un agente de liberación y una resina  
aglutinante que contiene una resina cristalina y una resina no cristalina, en el que cada tóner del conjunto de  
10 tóner incorpora un componente de gel que es insoluble en tetrahidrofurano debido a una estructura reticulada  
presente en la resina aglutinante del tóner  
en el que una cantidad de una materia insoluble en tetrahidrofurano en el tóner transparente es más pequeña  
que una cantidad de una materia insoluble en tetrahidrofurano en el tóner cromático según se determina  
mediante
- 15 (i) 3 g de cada uno del tóner transparente y el tóner cromático del conjunto de tóner se pesa y se define como  
A (g);  
(ii) cada tóner se carga en un papel de filtro cilíndrico (diámetro interior: 24 mm) que tiene una masa  
conocida, y el papel de filtro cilíndrico se fija a un tubo de extracción;  
20 (iii) 200 ml de tetrahidrofurano (THF) se añaden a un matraz que está equipado con un condensador se  
sumerge en un calentador con camisa, y el THF se somete a reflujo a 60 °C;  
(iv) el THF se añade gota a gota a cada tóner a través del condensador, y la materia soluble en THF del tóner  
se extrae en el matraz;  
(v) después de la extracción a 60 °C durante 8 horas, el THF que sirve como un líquido para la extracción se  
25 evapora a presión reducida, y se pesa el residuo que queda sobre el papel de filtro cilíndrico (materia  
insoluble en THF);  
(vi) el valor obtenido se define como B (g);

la medición para los valores A y B se realiza 5 veces en total y los valores A y B son un promedio de los 5 valores  
que se obtienen para cada uno; y

- 30 en el que cada uno del tóner cromático y el tóner transparente comprende una resina de poliéster cristalina, y  
en el que una cantidad de la resina de poliéster cristalina en el tóner transparente es más grande que una cantidad  
de la resina de poliéster cristalina en tóner cromático.

- 35 2. El conjunto de tóner de acuerdo con la reivindicación 1,  
en el que la cantidad de la materia insoluble en tetrahidrofurano en el tóner cromático es de un 14 % en masa o más  
pero de un 23 % en masa o menos, y en el que la cantidad de la materia insoluble en tetrahidrofurano en el tóner  
transparente es de un 5 % en masa o más pero de menos de un 14 % en masa.

- 40 3. El conjunto de tóner de acuerdo con la reivindicación 1 o 2,  
en el que una relación de la cantidad de la materia insoluble en tetrahidrofurano en el tóner transparente con  
respecto a la cantidad de la materia insoluble en tetrahidrofurano en el tóner cromático es de 0,65 o menos.

- 45 4. El conjunto de tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3,  
en el que cada uno del tóner cromático y el tóner transparente comprende una resina de poliéster modificada,  
en el que una cantidad de la resina de poliéster modificada en el tóner transparente es de un 15 % en masa o  
menos, y  
en el que una cantidad de la resina de poliéster modificada en el tóner cromático es de un 5 % en masa o más.

- 50 5. El conjunto de tóner de acuerdo con la reivindicación 1,  
en el que la cantidad de la resina de poliéster cristalina en el tóner transparente es de un 5 % en masa o más.

6. El conjunto de tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5,  
en el que una cantidad del agente de liberación en el tóner transparente es más grande que una cantidad del agente  
de liberación en el tóner cromático.

- 55 7. El conjunto de tóner de acuerdo con la reivindicación 6,  
en el que la cantidad del agente de liberación en el tóner transparente es de un 2 % en masa a un 13 % en masa.

- 60 8. El conjunto de tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7,  
en el que cada uno del tóner cromático y el tóner transparente es un tóner que se obtiene mediante la retirada de un  
disolvente orgánico de un líquido de dispersión de O/W en el que una fase oleosa que contiene la resina aglutinante  
y el agente de liberación en el disolvente orgánico se dispersa en un medio acuoso.

- 65 9. El conjunto de tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8,  
en el que el tóner transparente tiene un diámetro de partícula promedio en volumen de 3  $\mu\text{m}$  a 7  $\mu\text{m}$ , y una relación  
de  $D_v/D_n$  es 1,3 o menos, en la que  $D_v$  es el diámetro de partícula promedio en volumen del tóner transparente y  $D_n$



es un diámetro de partícula promedio en número del tóner transparente.

10. Un conjunto de agente de revelado, que comprende:

5 el conjunto de tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9; y  
unos medios de soporte.

11. Un aparato de formación de imagen, que comprende:

10 un miembro de soporte de imagen electrostática latente;  
una unidad de carga que está configurada para cargar una superficie del miembro de soporte de imagen electrostática latente;  
una unidad de exposición que está configurada para exponer la superficie cargada del miembro de soporte de imagen electrostática latente a la luz para formar una imagen electrostática latente;  
15 una unidad de revelado que está configurada para revelar la imagen electrostática latente con un conjunto de tóner para formar una imagen visible y que contiene el conjunto de tóner;  
una unidad de transferencia que está configurada para transferir la imagen visible sobre un medio de registro; y  
una unidad de fijación que está configurada para fijar la imagen visible transferida sobre el medio de registro,  
20 en el que el conjunto de tóner es el conjunto de tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10.

12. El aparato de formación de imagen de acuerdo con la reivindicación 11,  
en el que una capa lo más superior de la imagen visible transferida sobre el medio de registro es una capa del tóner transparente, y

25 en el que un espesor promedio de la capa del tóner transparente es de 1  $\mu\text{m}$  a 15  $\mu\text{m}$  después de la fijación de la imagen visible transferida.

FIG. 1

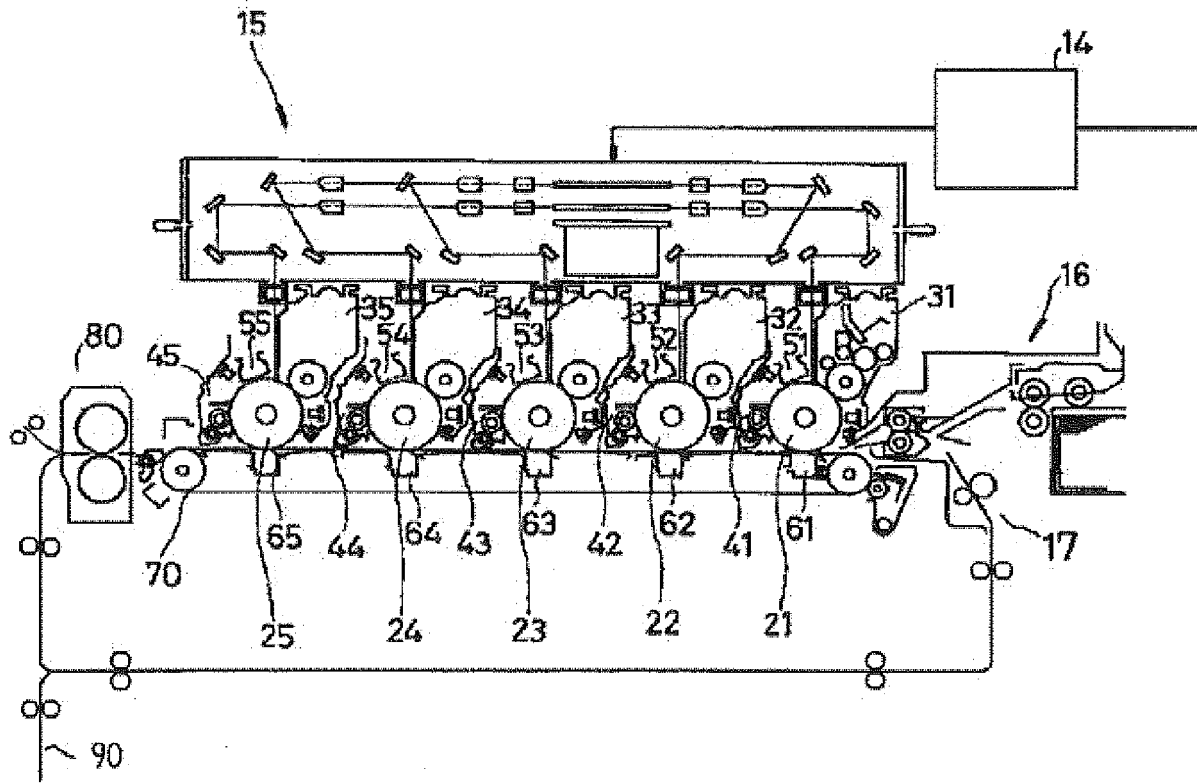


FIG. 2

