

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 611 138**

51 Int. Cl.:

G03G 9/08 (2006.01)

G03G 9/087 (2006.01)

G03G 9/09 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.01.2011 E 11151425 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.11.2016 EP 2348362**

54 Título: **Tóner, método para producir el mismo y agente de revelado**

30 Prioridad:

20.01.2010 JP 2010009731

03.03.2010 JP 2010046520

24.05.2010 JP 2010118370

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

05.05.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**SUZUKI, KAZUMI y
MORITA, TATSUYA**

74 Agente/Representante:

SUGRAÑES MOLINÉ, Pedro

Observaciones :

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques
o Bemerkungen) en el folleto original publicado
por la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 611 138 T3

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

DESCRIPCIÓN

Tóner, método para producir el mismo y agente de revelado

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

10 La presente invención se refiere a un tóner capaz de formar imágenes de alta calidad, para revelar imágenes electrostáticas latentes en electrofotografía, registro electrostático, impresión electrostática y similares. Más en concreto, la presente invención se refiere a un tóner que es excelente en cuanto a la capacidad de carga al tiempo que se mantiene la capacidad de fijación a baja temperatura y la estabilidad de almacenamiento termorresistente y que también es excelente en cuanto a la permeabilidad (la permeabilidad a OHP, etc.), un método para producir el mismo y un agente de revelado que usa el tóner.

15

Descripción de la técnica relacionada

En los aparatos electrofotográficos y en los aparatos de grabación de imagen electrostática, una imagen latente eléctrica o magnética se visualiza usando un tóner. Por ejemplo, en electrofotografía, se forma una imagen electrostática latente (imagen latente) sobre un fotoconductor, se forma una imagen electrostática (imagen latente) sobre un fotoconductor y, a continuación, la imagen electrostática se revela usando un tóner para de ese modo formar una imagen de tóner. Una imagen de tóner de este tipo se transfiere, por lo general, sobre un material de transferencia tal como papel y, a continuación, se fija sobre el material de transferencia por medio de un método tal como calentamiento. Un tóner para su uso en revelado es, por lo general, partículas coloreadas que contienen un refrigerante, un agente de control de carga y otros aditivos en una resina aglutinante. El método de producción de un tóner se clasifica en términos generales en el método de pulverización y el método de polimerización de suspensión. En el método de pulverización, un colorante, un agente de control de carga, un agente de prevención de offset y similares se mezclan en fundido en una resina termoplástica, y la composición resultante se pulveriza y se clasifica para producir de ese modo un tóner. De acuerdo con el método de pulverización, se puede producir un tóner que es excelente en cuanto a las propiedades hasta un cierto grado, no obstante, existe una limitación en cuanto a la selección de materiales de tóner. Por ejemplo, es necesario que una composición de tóner que se obtiene mediante el mezclado en fundido se pulverice y se clasifique por medio de un dispositivo utilizable desde el punto de vista de la economía. Por esta razón, la distribución de tamaño de partícula del mismo tiende a ser más ancha, y a obtener una imagen copia que tiene una resolución alta y una alta escala de grises, por ejemplo, es necesario retirar las partículas de polvo finas que tengan un diámetro de partícula de 5 μm o menor y las partículas de polvo gruesas que tengan un diámetro de partícula de 20 μm o mayor y, por lo tanto, el método de pulverización tiene una desventaja en que el rendimiento se vuelve muy bajo. Además, en el método de pulverización, es difícil dispersar de manera uniforme un colorante, un agente de control de carga y similares en una resina termoplástica. Además, el método presenta un problema tal que se expone un colorante sobre una superficie de tóner, y las cargas sobre la superficie del tóner se vuelven no uniformes, dando lugar de ese modo de ese modo a un deterioro en cuanto a las propiedades de revelado.

40

En los últimos tiempos, para superar estos problemas en el método de pulverización, se han propuesto e implementado métodos de producción de tóner por medio de un método de polimerización de suspensión. No obstante, un método de polimerización conocido de este tipo, por ejemplo, un tóner que se obtiene por medio de un método de polimerización de suspensión, tiene una forma esférica y tiene una desventaja en una mala capacidad de limpieza. Un tóner que se produce por medio del método de polimerización de suspensión da lugar a menos tóner no transferido y es poco probable que dé lugar a un fallo de limpieza en un proceso de revelado/transferencia usando una imagen que tiene una baja relación de área de ocupación de imagen, no obstante, en el caso de una alta relación de área de ocupación de imagen, tal como una imagen fotográfica, o cuando sigue quedando, como tóner no transferido, un tóner que forma una imagen no transferida debido a un fallo de alimentación de papel o similares y se acumula el tóner no transferido, tiene lugar una mancha de fondo de la imagen. Además, existe una probabilidad de que el tóner no transferido contamine un rodillo de carga que entra en contacto con y carga el fotoconductor, y puede que el rodillo de carga no exhiba su capacidad de carga inherente. Además, debido a que se polimeriza un tóner en la producción del tóner, en la mayor parte de los casos, no se pueden usar los materiales que se han usado convencionalmente para el tóner. Incluso cuando se pueden usar tales materiales de tóner convencionales, el tóner resultante se ve influenciado por aditivos, tales como una resina y un colorante, que están contenidos en el mismo, puede que el tamaño de partícula del mismo no esté lo suficientemente controlado y, por lo tanto, un tóner que se produce por medio de la polimerización de suspensión presenta cuestiones de bajo grado de libertad.

50

Para solucionar los problemas, se ha propuesto un método en el que unas partículas de resina que se obtienen por medio de un método de polimerización de emulsificación se hacen asociadas entre sí para obtener un tóner de forma indefinida (la patente de Japón (JPB) con n.º 2537503). No obstante, en un tóner que se obtiene por medio de un método de polimerización de emulsificación, básicamente no se pueden usar resinas de poliéster, que exhiben una capacidad de fijación y una idoneidad de color excelentes en el método de amasado/pulverización, y los

65

métodos de polimerización de emulsificación presentan la desventaja de su incapacidad para satisfacer los requisitos de compacidad del aparato, rendimiento de alta velocidad e idoneidad de color.

Entonces, el solicitante de la presente invención propuso un método de obtención de un tóner por medio de un método de suspensión de disolución, usando, como un material de tóner, una resina modificada con poliéster que se obtiene al hacer reaccionar un precursor de resina de poliéster que es excelente en cuanto a la transparencia, la resistencia mecánica y la capacidad de fijación a baja temperatura (la patente de Japón (JP-B) con n.º 3640918). Con esto, se obtiene un tóner de este tipo que puede resolver los problemas que se han mencionado en lo que antecede, es utilizable en un sistema de fijación de baja temperatura al tiempo que se mantiene una alta capacidad de limpieza, excelente en cuanto a la resistencia de offset y capaz de evitar manchas en los dispositivos de fijación y las imágenes. No obstante, un tóner que se produce por medio del método de suspensión de disolución de JP-B con n.º 3640918 presenta una dificultad en la disolución de un colorante en el mismo con uniformidad y tiende a dar lugar a la localización de los colorantes (pigmentos) sobre superficies de partículas de tóner y una diferencia del contenido de colorante en cada tóner y, por lo tanto, tiene lugar una falta de uniformidad de cargas, lo que conduce a un deterioro en cuanto a la estabilidad de carga cuando se usa durante un tiempo prolongado. Además, en el caso de emitir una imagen a color, un ligero deterioro de la capacidad de revelado y la capacidad de transferencia da lugar a un deterioro en cuanto al equilibrio de color y a la escala de grises. Además, un colorante en un tóner es, por lo general, incompatible con resinas y, por lo tanto, este presenta desventajas en que, cuando un colorante se dispersa pobremente, el tóner da lugar a una dispersión o reflexión de la luz transmitida en su frontera superficial, perjudicando la permeabilidad a OHP y similares.

A la luz de las circunstancias que se han descrito en lo que antecede, el solicitante de la presente invención propuso diversos métodos para obtener un tóner mediante el método de suspensión de disolución (véanse las patentes de Japón abierta a inspección pública (JP-A) con n.º 2007-94351, 2007-248746, 2007-94352, 2006-293304 2005-70187, 2007-248979, 2008-76453 y 2006-18018).

Por ejemplo, como un método para obtener un tóner de color amarillo que es excelente en cuanto a la resistencia de offset, la capacidad de carga, la estabilidad de almacenamiento, la capacidad de formación de color, la potencia de tinción y la resistencia térmica y tiene permeabilidad a OHP, se han propuesto los siguientes métodos: un método de control de un factor de forma usando una resina aglutinante y un colorante que tiene una estructura específica (la patente de Japón abierta a inspección pública (JP-A) con n.º 2007-94351), y un método de uso de un colorante específico que es una mezcla madre que se procesa por medio de amasado con una resina que constituye una resina aglutinante (la patente de Japón abierta a inspección pública (JP-A) con n.º 2007-248746). Además, el solicitante de la presente invención propuso un método de control del factor de forma de un tóner usando un colorante que tiene una estructura específica, y un dispersante fabricado de un polímero a base de acrílico que tiene un grupo diamino N,N-sustituido y un grupo ácido (la patente de Japón abierta a inspección pública (JP-A) con n.º 2007-94352). Como un método de obtención de un tóner en el que la dispersabilidad de un colorante se mejora, el solicitante de la presente invención propuso un método de uso de un dispersante en el que se especifican el índice de acidez y el índice de amina (la patente de Japón abierta a inspección pública (JP-A) con n.º 2006-293304). Como un método de obtención de un tóner capaz de mantener la capacidad de limpieza, en respuesta a los sistemas de fijación de baja temperatura, y que tenga una excelente resistencia de offset sin manchar los dispositivos de fijación y las imágenes, el solicitante de la presente invención propuso un método de granulación de materiales de tóner en un medio acuoso que contiene partículas finas de resina y partículas finas inorgánicas para de ese modo hacer que las partículas finas de resina permanezcan sobre las superficies de partículas de tóner (la patente de Japón abierta a inspección pública (JP-A) con n.º 2005-70187). Asimismo, como un método de obtención de un tóner capaz de obtener imágenes de alta calidad al tiempo que se mantiene la uniformidad de la composición y la estabilidad de carga pero que tiene menos condensación y dispersión de tóner, y que tiene unos diámetros de partícula pequeños y una distribución de tamaño de partícula más estrecha, el solicitante de la presente invención propuso un método de aumento del diámetro de partícula promedio en volumen de un líquido de dispersión de tipo emulsión agua en aceite que se forma en un medio acuoso (la patente de Japón abierta a inspección pública (JP-A) con n.º 2007-248979). Además, como un método de obtención de un tóner capaz de lograr de forma simultánea tanto una capacidad de fijación a baja temperatura como una resistencia de offset y de formar unas imágenes muy buenas, el solicitante de la presente invención propuso un método de especificación de parámetros de solubilidad de dos o más resinas aglutinantes (la patente de Japón abierta a inspección pública (JP-A) con n.º 2008-76453). Además, como un método de obtención de un tóner que asegura la capacidad de fijación a baja temperatura, la resistencia de offset y la reproducibilidad de color, el solicitante de la presente invención propuso un método de uso de un colorante que se puede obtener mediante la dispersión de un pigmento en unos componentes de resina, empleando una resina aglutinante que contiene una resina de poliéster cristalino y un método de vaporización instantánea (la patente de Japón abierta a inspección pública (JP-A) con n.º 2006-18018).

Con los métodos que se describen en los documentos JP-A con n.º 2007-94351, 2007-248746, 2007-94352, 2006-293304, 2005-70187, 2007-248979, 2008-76453, y 2006-18018, se obtienen determinados efectos para resolver los problemas anteriores, no obstante, surgen demandas de una mejora más sofisticada en cuanto a la capacidad de carga y una mejora más sofisticada en cuanto a la permeabilidad (OHP etc.), y se desea mejorar la dispersabilidad de los colorantes.

Obsérvese que como un método de obtención de un tóner de color amarillo excelente en cuanto a la capacidad de carga de carga positiva, se ha propuesto un método de uso de una resina acrílica, un colorante y un compuesto de amina en el método de suspensión de disolución (la patente de Japón abierta a inspección pública (JP-A) con n.º 2009-57399). Además, como un método de obtención de un tóner de color amarillo, se propone un método en el que una dispersión que contiene un material de resina, un colorante y un disolvente orgánico se dispersa en un medio de dispersión acuosa por medio de un método de suspensión de disolución, para preparar un líquido de dispersión, y el líquido de dispersión se forma de manera uniforme (la patente de Japón abierta a inspección pública (JP-A) con n.º 2008-203370).

No obstante, no se puede decir que ninguna de estas propuestas cumplidas de forma satisfactoria sea adecuadamente sensible a las demandas de la dispersabilidad de los colorantes que se mejoran adicionalmente en cuanto a la calidad.

En la granulación a través del método de polimerización que se ha mencionado en lo que antecede, no solo agua sino también diversos materiales tales como un disolvente, un tensioactivo, y un estabilizador de dispersión y, por lo tanto, el nivel técnico requerido en lo que respecta a la estabilidad de los materiales convencionales se eleva adicionalmente.

En concreto cuando se granulan partículas de tóner, la dispersabilidad de un pigmento y un agente de liberación en una resina que se ha disuelto o dispersado en un disolvente influye en gran medida en el intervalo de temperatura de fijación, el intervalo de reproductibilidad de color y las propiedades de revelado del tóner resultante y, por lo tanto, la dispersabilidad es uno de los puntos más importantes en un método de producción de tóner a través de la granulación de materiales en un medio acuoso.

En particular, cuando el índice de color con n.º PR122 (que se puede abreviar como PR122 en lo sucesivo en el presente caso) se usa para un tóner de color magenta y el índice de color con n.º PY74 (que se puede abreviar como PY74 en lo sucesivo en el presente caso) se usa para un tóner de color amarillo, los pigmentos están localizados sobre la superficie del tóner debido a las propiedades intrínsecas de los pigmentos, dando lugar a un mal estado de dispersión.

Como resultado, hay un problema tal que el estado de dispersión de diámetro de partícula en partículas de tóner, es decir, la intensidad de espectro de absorción del líquido de dispersión se baja en comparación con los dispersados de forma favorable, y el tóner resultante se vuelve inferior en cuanto al grado de pigmentación y a la cromaticidad a los esperados.

Como una contramedida frente al problema, se ha conocido que un pigmento se puede dispersar de manera uniforme en el tóner usando un dispersante de pigmento y, de ese modo, es posible producir un tóner que está mejorado en cuanto al grado de pigmentación y la cromaticidad (véase la patente de Japón (JP-B) con n.º 4079257 y la solicitud de patente de Japón abierta a inspección pública (JP-A) con n.º 2009-116313).

No obstante, incluso cuando se resuelve el problema y se mejora la dispersabilidad de un colorante dependiendo del dispersante de pigmento que se usa, la viscosidad de una resina que está contenida en el tóner, y su punto de fusión, se pueden bajar de forma considerable mediante la adición del dispersante de pigmento, y el tóner producido se puede solidificar en un recipiente durante el transporte.

Además, la patente de Japón (JP-B) con n.º 4213067 divulga un tóner en el que se incorpora una resina de poliéster cristalino en una resina aglutinante y, de ese modo, tanto la estabilidad de almacenamiento termorresistente como la capacidad de fijación a baja temperatura se logran de forma simultánea.

No obstante, las resinas de poliéster cristalino son poco solubles en disolventes, diámetro de partícula no se puede dispersar en un disolvente y, por lo tanto, es difícil mejorar el grado de pigmentación y la cromaticidad del tóner resultante.

Por esta razón, se ha requerido la dispersión de un pigmento de este tipo en un disolvente sin reducir la viscosidad y el punto de fusión de una resina usada y el diseño de un tóner que tiene un alto grado de pigmentación, un amplio intervalo de reproductibilidad de color y excelente en cuanto a la estabilidad de almacenamiento.

Breve resumen de la invención

La presente invención tiene por objeto proporcionar un tóner que es excelente en cuanto a la dispersabilidad de los colorantes así como diversas propiedades tales como capacidad de carga, propiedades de color, capacidad de fijación a baja temperatura y estabilidad de almacenamiento termorresistente, y un método para producir el tóner, y un agente de revelado.

Unos medios para resolver los problemas que se han mencionado en lo que antecede son tal como sigue:

< 1 > Un tóner que incluye:

unas partículas de base que se forman mediante la emulsificación o la dispersión, en un medio acuoso, de un líquido de composición de tóner que se obtiene mediante la disolución o la dispersión, en un disolvente orgánico, de al menos una resina aglutinante soluble en el disolvente orgánico y una mezcla madre de colorante que contiene un colorante y una resina de dispersión de colorante, en el que la resina de dispersión de colorante es una resina que tiene poca solubilidad, definida en lo sucesivo:

donde la "poca solubilidad" quiere decir que, cuando 4 partes en masa de la resina de dispersión de colorante se añaden a y se mezclan con 10 partes en masa del acetato de etilo, la mezcla se vuelve turbia y de color blanco a 25 °C o se vuelve una solución transparente una vez a 25 °C y, a continuación, se vuelve turbia y de color blanco dentro de un plazo de 12 horas.

< 2 > El tóner de acuerdo con < 1 > en lo que antecede, en el que la resina de dispersión de colorante es una resina que contiene una estructura de enlace de amida y que tiene un peso molecular promedio en peso (Mw) de 5.000 a 50.000.

< 3 > El tóner de acuerdo con una de < 1 > y < 2 > en lo que antecede, en el que la resina de dispersión de colorante es una resina de poliéster que contiene una estructura de enlace de amida y que tiene un peso molecular promedio en peso (Mw) de 5.000 a 50.000.

< 4 > El tóner de acuerdo con una cualquiera de < 1 > a < 3 > en lo que antecede, en el que la resina de dispersión de colorante contiene una resina cristalina que se obtiene mediante la cristalización de la resina aglutinante.

< 5 > El tóner de acuerdo con una cualquiera de < 1 > a < 4 > en lo que antecede, en el que la mezcla madre de colorante se obtiene mediante el amasado en fundido de un colorante que contiene pigmento orgánico y la resina de dispersión de colorante.

< 6 > El tóner de acuerdo con una cualquiera de < 1 > a < 5 > en lo que antecede, en el que la resina aglutinante presenta compatibilidad con la resina de dispersión de colorante cuando se amasa con la resina de dispersión de colorante.

< 7 > El tóner de acuerdo con una cualquiera de < 1 > a < 6 > en lo que antecede, en el que el colorante contiene un pigmento orgánico que está seleccionado de entre el grupo que consiste en C. I. Pigmento Amarillo 74, C. I. Pigmento Amarillo 185 y C. I. Pigmento Rojo 122.

< 8 > El tóner de acuerdo con una cualquiera de < 1 > a < 7 > en lo que antecede, en el que el líquido de composición de tóner contiene un compuesto que contiene un grupo hidrógeno activo y un precursor de resina que contiene un polímero que tiene un grupo funcional reactivo con el grupo hidrógeno activo del compuesto que contiene un grupo hidrógeno activo, y la resina aglutinante se obtiene mediante una reacción del precursor de resina.

< 9 > El tóner de acuerdo con < 8 > en lo que antecede, en el que el polímero que tiene el grupo funcional reactivo con el grupo hidrógeno activo es un poliéster que tiene el grupo funcional reactivo con el grupo hidrógeno activo.

< 10 > El tóner de acuerdo con una cualquiera de < 1 > a < 9 > en lo que antecede, en el que el líquido de composición de tóner contiene un poliéster no modificado (A) junto con un poliéster (B) que tiene un grupo funcional reactivo con un grupo hidrógeno activo, y una relación de masa del poliéster (B) con respecto al poliéster no modificado (A) es de 1/19 a 3/1.

< 11 > El tóner de acuerdo con una cualquiera de < 1 > a < 10 > en lo que antecede, en el que la resina aglutinante contiene uno de un poliéster modificado con estireno y un poliéster modificado con olefina.

< 12 > El tóner de acuerdo con una cualquiera de < 1 > a < 11 > en lo que antecede, en el que el líquido de composición de tóner contiene adicionalmente un poliéster cristalino insoluble en el disolvente orgánico.

< 13 > El tóner de acuerdo con < 12 > en lo que antecede, en el que el punto de fusión del poliéster cristalino que se corresponde con una temperatura endotérmica de pico que se mide por calorimetría diferencial de barrido (DSC, *differential scanning calorimetry*) es de 60 °C a 110 °C.

< 14 > Un método para producir el tóner de acuerdo con una cualquiera de < 1 > a < 13 > en lo que antecede, incluyendo el método:

disolver al menos la resina aglutinante soluble en el disolvente orgánico y la mezcla madre de colorante que se obtiene mediante el amasado en fundido del colorante y la resina de dispersión de colorante en el disolvente orgánico para preparar un líquido de composición de tóner que sirve como una fase oleosa, y emulsionar o dispersar la fase oleosa en el medio acuoso para preparar una emulsión o un líquido de dispersión, y retirar el disolvente orgánico de la emulsión o el líquido de dispersión para formar las partículas de base,

en el que la resina de dispersión de colorante es una resina que tiene poca solubilidad, definida en lo sucesivo:

donde la "poca solubilidad" quiere decir que, cuando 4 partes en masa de la resina de dispersión de colorante se añaden a y se mezclan con 10 partes en masa del acetato de etilo, la mezcla se vuelve turbia y de color

blanco a 25 °C o se vuelve una solución transparente una vez a 25 °C y, a continuación, se vuelve turbia y de color blanco dentro de un plazo de 12 horas.

< 15 > Un agente de revelado que incluye:

el tóner de acuerdo con una cualquiera de <1> a <13> en lo que antecede, y un vehículo.

La presente invención puede proporcionar un tóner que es excelente en cuanto a la dispersabilidad de los colorantes así como diversas propiedades tales como capacidad de carga, propiedades de color, capacidad de fijación a baja temperatura y estabilidad de almacenamiento termorresistente. Con el uso del tóner, a través de un método de formación de imagen que usa un proceso electrofotográfico (sistema de fijación sin aceite), por ejemplo, una copiadora, una impresora de láser y un fax, es posible formar de forma continua y estable una imagen de alta calidad que tiene menos falta de uniformidad y disminución de la densidad de imagen y menos mancha de fondo.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1A es una imagen de observación de TEM que ilustra el estado de dispersión de pigmento de la partícula de base de tóner (YA) que se produce en los ejemplos.

La figura 1B es una imagen de observación de TEM que ilustra el estado de dispersión de pigmento de la partícula de base de tóner (YE) que se produce en los ejemplos.

La figura 1C es una imagen de observación de TEM que ilustra el estado de dispersión de pigmento de la partícula de base de tóner (YG) que se produce en los ejemplos.

La figura 1D es una imagen de observación de TEM que ilustra el estado de dispersión de pigmento de la partícula de base de tóner (MA) que se produce en los ejemplos.

La figura 1E es una imagen de observación de TEM que ilustra el estado de dispersión de pigmento de la partícula de base de tóner (ME) que se produce en los ejemplos.

La figura 1F es una imagen de observación de TEM que ilustra el estado de dispersión de pigmento de la partícula de base de tóner (YA), (YE), (YG), (MA), (ME) y (MG) que se produce en los ejemplos.

La figura 2A es una imagen de observación de TEM que ilustra el estado de dispersión de pigmento de la partícula de base de tóner (YH) que se produce en los ejemplos comparativos.

La figura 2B es una imagen de observación de TEM que ilustra el estado de dispersión de pigmento de la partícula de base de tóner (MH) que se produce en los ejemplos comparativos.

Descripción detallada de la invención

Un tóner de acuerdo con la presente invención es un tóner que contiene las partículas de base que se forman mediante la emulsificación o la dispersión, en un medio acuoso, de un líquido de composición de tóner que se obtiene mediante la disolución o la dispersión, en un disolvente orgánico, de al menos una resina aglutinante soluble en el disolvente orgánico y una mezcla madre de colorante que contiene un colorante y una resina de dispersión de colorante, en el que la resina de dispersión de colorante es una resina que tiene poca solubilidad, definida en lo sucesivo.

La expresión "poca solubilidad" quiere decir que, cuando 4 partes en masa de la resina de dispersión de colorante se añaden a y se mezclan con 10 partes en masa del acetato de etilo, la mezcla se vuelve turbia y de color blanco a 25 °C o se vuelve una solución transparente una vez a 25 °C y, a continuación, se vuelve turbia y de color blanco dentro de un plazo de 12 horas.

Obsérvese que en la presente invención, "un tóner que contiene las partículas de base que se forman mediante la emulsificación o la dispersión, en un medio acuoso, de un líquido de composición de tóner que se obtiene mediante la disolución o la dispersión de una composición de tóner en un medio acuoso en el que se dispersan partículas finas de resina" se denomina "un tóner que contiene las partículas de base". Además, el "tóner que contiene las partículas de base" se puede denominar simplemente "tóner".

Tal como se ha descrito en lo que antecede, el tóner de la presente invención contiene, como una composición de material de tóner, al menos una resina aglutinante que contiene un poliéster soluble en disolventes orgánicos como el componente principal, una mezcla madre de colorante y un agente de liberación. Una composición de material de tóner de este tipo se disuelve o se dispersa en un disolvente orgánico para preparar un líquido de composición de tóner (una fase oleosa), la fase oleosa se emulsiona o se dispersa en un medio acuoso (una fase acuosa) en el que se dispersan partículas finas de resina, y la emulsión o el líquido de dispersión resultante se somete a una retirada de disolvente y granulación para formar unas partículas de base. Con la inclusión de las partículas de base, se puede obtener el tóner de la presente invención. Las partículas de base se pueden obtener mediante el secado de la emulsión o el líquido de dispersión que se ha sometido a una retirada de disolvente y granulación, o las partículas de base se pueden obtener al someter esta a una retirada de disolvente y secado de forma simultánea.

Es decir, los inventores de la presente invención llevaron a cabo estudios y exámenes exhaustivos y hallaron que mediante el uso, como una composición de material de tóner, de una mezcla madre de colorante que se prepara mediante la disolución y el amasado, de forma preliminar, de un colorante que contiene un pigmento orgánico y el poliéster que tiene poca solubilidad, definida como en lo que antecede y que tiene un peso molecular promedio en peso (Mw) de 5.000 a 50.000, es posible dispersar de manera uniforme el colorante que contiene un pigmento orgánico en partículas de base sin localizar el colorante sobre unas superficies de las partículas de base, con esto, es posible que el tóner que contiene las partículas de base exhiba una capacidad de carga uniforme y que mantenga la estabilidad de carga incluso durante el uso por un tiempo prolongado, que forme una imagen excelente en cuanto a las propiedades de color y que produzca adicionalmente un efecto de supresión de la reflexión difusa de la luz transmitida en la superficie de contacto del tóner y, de ese modo, que mejore la permeabilidad a OHP o similares.

Asimismo, en la presente invención, por el efecto de la resina aglutinante que contiene al menos poliéster como el componente principal, se pueden exhibir la capacidad de carga y las propiedades de color del tóner al tiempo que se mantiene la capacidad de fijación a baja temperatura, la resistencia de offset en caliente y la estabilidad de almacenamiento termorresistente tal como se describe en lo sucesivo.

Es necesario que la resina de poliéster que se granula en un medio acuoso y que se usa como un aglutinante de tóner se disuelva o se disperse en un disolvente orgánico. La mayor parte, las resinas de poliéster que tienen cristalinidad no se disuelven en un disolvente orgánico para su uso en la granulación de partículas de tóner, tal como acetato de etilo y, por lo tanto, por lo general se emplea una resina de poliéster que tiene una baja cristalinidad o una resina de poliéster amorfa.

Asimismo, en un sistema en el que no se disuelven las resinas, es difícil dispersar diversos materiales, tales como ceras y pigmentos, en la resina y, por lo tanto, es difícil usar una resina cristalina para un aglutinante de tóner.

Además, el estado de dispersión de un pigmento en partículas de tóner varía dependiendo de las propiedades superficiales de diversos materiales en el proceso de granulación. Por ejemplo, en un tóner que se granula en un medio acuoso, es necesario dispersar materiales no acuosos en los que se dispersan materiales de tóner y, por lo tanto, se usa un tensioactivo. No obstante, dependiendo del tipo del tensioactivo, puede que las partículas granuladas no se dispersen de manera uniforme, tal como agregados de un pigmento en las partículas de tóner granuladas se pueden generar, y las partículas de tóner granuladas pueden estar localizadas sobre unas superficies de las partículas de tóner, a pesar del estado de dispersión del pigmento en un barniz al que el pigmento se añade e la solución que contiene la resina y el disolvente orgánico. Cuando un pigmento se puede dispersar de manera uniforme en partículas de tóner, esto puede ser un factor significativo para dar lugar a un deterioro del intervalo de reproductibilidad de color después de la formación de imagen.

Los inventores de la presente invención hallaron que es posible evitar que un pigmento se agregue o que esté localizado sobre unas superficies de las partículas de tóner en el proceso de granulación de tóner en un medio acuoso, mediante el uso de una resina cristalina insoluble en disolventes orgánicos como una mezcla madre.

Al someter el pigmento a un tratamiento superficial con la resina cristalina insoluble en disolventes orgánicos, el pigmento no entra directamente en contacto con diversos materiales, tales como un tensioactivo, lo que parece afectar de forma adversa a la dispersión del pigmento en la granulación de tóner. Entonces, es posible evitar o reducir de forma drástica la agregación y la localización del pigmento que es causada por el tensioactivo sin disolver la resina adsorbida sobre la superficie del pigmento y sin que se esponga la superficie de pigmento, para dispersar de ese modo de manera uniforme el pigmento en las partículas de tóner y para evitar las disminuciones en cuanto a la viscosidad y en cuanto al punto de fusión de la resina aglutinante.

En lo sucesivo en el presente caso, la composición de material de tóner (un material de tóner) para su uso en el tóner que contiene las partículas de base de la presente invención se describirá en serie.

Obsérvese que la expresión "el poliéster que tiene poca solubilidad, definida como en lo que antecede y que tiene un peso molecular promedio en peso (Mw) de 5.000 a 50.000" se puede abreviar como y denominarse simplemente "poliéster".

[Resina de dispersión de colorante]

Al igual que para la mezcla madre de colorante, se usa un producto amasado en fundido que se obtiene mediante el amasado en fundido de un colorante que contiene pigmento orgánico y una resina de dispersión de colorante. Como la resina de dispersión de colorante, se usa una resina de poliéster que contiene una estructura de enlace de amida de estructura de enlace de amida. En concreto, la resina de dispersión de colorante (un poliéster que contiene una estructura de enlace de amida) de la presente invención es una resina que contiene un enlace de amida que se obtiene al hacer reaccionar una amina con un grupo carboxilo en poliéster. Los ejemplos de la amina, pero sin limitarse a, incluyen como aminas alifáticas, aminas primarias (por ejemplo, metil amina, etil amina, propil amina, isopropil amina, butil amina, isobutil amina, 2-aminobutano, 2-amino- 2-metilpropano, 1-aminopentano, isopentil amina, 2-amino-2-metilbutano, 1-aminohexano, 1-aminoheptano, 1-aminooctano, 2-etilhexil amina, 1-aminononano,

1-aminodecano y aminoetileno; aminas secundarias (por ejemplo, dimetil amina, dietil amina, diisopropil amina, N-metiletil amina, y N-metil isobutil amina. Los ejemplos de la amina, como aminas aromáticas, incluyen anilina, etilanina toluidina, cumidina, p-terc-butilanilina, p-terc-pentilanilina, xilidina, timil amina, cumidina pusoide, 2,4,6-trimetilanilina, pentametilanilina, aminoestireno, N-dimetilanilina, N,N-dietilanilina, N,N-dimetiltoluidina, difenil amina, di-p-tolil amina, N-metil difenil amina, trifenil amina, N-bencil-N-metil anilina, N,N-dibencilanilina, diaminobenceno, toluen diamina, N-metilfenilen diamina, N,N-dimetilfenilen diamina, N,N'-dimetilfenilen diamina, aminodifenil amina, diaminofenil amina, 4,4'-bis(dimetilamino) difenil amina, benceno triamina, 1,2-dianilinoetano, 1,2-dianilinoetano y estilben diamina.

En el presente caso, como el poliéster que contiene una estructura de enlace de amida, se usa de forma conveniente la que tiene un peso molecular promedio en peso (Mw) de 5.000 a 50.000. Cuando el peso molecular promedio en peso (Mw) del poliéster es de menos de 5.000, la dispersabilidad del pigmento se deteriora debido a una funcionalidad insuficiente de impedimento estérico. Cuando el peso molecular promedio en peso (Mw) es de más de 50.000, se aumenta la viscosidad de la mezcla resultante cuando el poliéster se amasa en fundido con un colorante, y la temperatura que se requiere para obtener una dispersabilidad excelente supera 150 °C y, por lo tanto, tiene lugar la oxidación, la descomposición de la resina y la descomposición del pigmento orgánico y no se pueden mantener las funciones respectivas de estos componentes. Además, debido a que se aumenta la cantidad de energía para amasar en fundido, se aumenta la carga ambiental. Un peso molecular promedio en peso (Mw) más preferido del poliéster que contiene una estructura de enlace de amida es de 10.000 a 30.000.

Cuando el peso molecular promedio en peso (Mw) es de menos de 5.000, el pigmento está localizado sobre la superficie del tóner, y el estado de dispersión (a través de observación de TEM) del pigmento es no uniforme y también se aumenta el diámetro de partícula del pigmento. Por el contrario, cuando el peso molecular promedio en peso (Mw) supera 50.000, el diámetro de partícula del pigmento se aumenta (por ejemplo, 300 nm o mayor), la dispersabilidad uniforme del colorante se ve perjudicada, y es difícil lograr una capacidad de carga, unas propiedades de color y una permeabilidad excelentes, en ambos casos.

Obsérvese que el poliéster que contiene una estructura de enlace de amida se usa de forma conveniente también desde los puntos de vista de la capacidad de fijación a baja temperatura, la resistencia mecánica y la viscoelasticidad dinámica.

Tal como se ha descrito en lo que antecede, como la mezcla madre de colorante de la presente invención, un producto amasado en fundido que se obtiene mediante el amasado en fundido, de forma preliminar, de un colorante que contiene pigmento orgánico y un poliéster que contiene una estructura de enlace de amida. Como el producto amasado en fundido, se usa preferiblemente el que se calienta (a de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 150 °C), seguido por laminación en frío y pulverización.

Cuando como la mezcla madre de colorante, por ejemplo, se usa un producto que se obtiene mediante la disolución de un colorante que contiene pigmento orgánico y un poliéster que contiene una estructura de enlace de amida en un disolvente orgánico (por ejemplo, acetato de etilo), y mediante molienda con un molino de perlas, el pigmento está localizado sobre la superficie de tóner y tiene unos diámetros de partícula grandes, no se puede exhibir la dispersabilidad uniforme del colorante, y no se puede obtener el efecto tal como se describe en la presente invención.

La temperatura de transición vítrea (Tg) de la resina de dispersión de colorante (un poliéster que contiene una estructura de enlace de amida) es preferiblemente de 50 °C a 100 °C, y más preferiblemente de 60 °C a 80 °C. Cuando la temperatura de transición vítrea (Tg) es más baja que 50 °C, la estabilidad de almacenamiento termorresistente del tóner se deteriora. Cuando esta es más alta que 100 °C, se aumenta la cantidad de energía para amasar en fundido, y se aumenta la carga ambiental, lo que también afecta a la capacidad de fijación a baja temperatura del tóner.

Obsérvese que, en lo que respecta a la temperatura de transición vítrea (Tg) de la resina, una temperatura que se corresponde con un punto de intersección de una prolongación directa de la temperatura de valor inicial de una región de un lado de temperatura inferior de la curva de DSC con respecto a una temperatura endotérmica de pico (máxima temperatura endotérmica) que se determina por medio de un calorímetro diferencial de barrido (DSC, *differential scanning calorimeter*) con una tangente que muestra la máxima inclinación con respecto a una porción de subida de temperatura de la temperatura endotérmica de pico con respecto a la temperatura de arriba de pico se determina como la temperatura de transición vítrea.

La resina de dispersión de colorante (poliéster) es preferiblemente poco soluble, a una temperatura de 50 °C o menor, en un disolvente orgánico que se usa en la preparación del líquido de composición de tóner y en la formación de partículas de base.

En la presente invención, la "resina de dispersión de colorante (poliéster) es poco soluble en acetato de etilo" se define como una mezcla (de la resina de dispersión de colorante y acetato de etilo) se vuelve turbia y de color blanco a 25 °C o se vuelve una solución transparente una vez a 25 °C y, a continuación, se vuelve turbia y de color blanco

- dentro de un plazo de 12 horas después de que 4 partes en masa de la resina de dispersión de colorante se hayan añadido a y se hayan mezclado con 10 partes en masa de acetato de etilo. En la presente invención, una mezcla de la resina de dispersión de colorante y acetato de etilo que se vuelve turbia y de color blanco inmediatamente después de mezclarse y agitarse se define como que tiene poca solubilidad. Algunas mezclas de la misma se disuelven y se vuelven una solución transparente una vez que se están mezclando y agitando, pero entonces, cuando se dejan reposar y se almacenan, la solución transparente se vuelve turbia y de color blanco. Aquellas mezclas que pertenezcan a las que se encuentran dentro del alcance de la definición que se ha descrito en lo que antecede se determinan como que son poco solubles.
- Cuando la resina de dispersión de colorante es soluble en un disolvente orgánico usado, el colorante (pigmento orgánico) tiende a exponerse sobre las superficies de partículas de base, y cuando la resina de dispersión de colorante es insoluble en un disolvente orgánico usado, el pigmento orgánico tiende a formar agregados en el tóner.
- Cuando la resina de dispersión de colorante es poco soluble en un disolvente orgánico usado, se puede satisfacer la compatibilidad de la resina de dispersión de colorante con una resina aglutinante soluble en el disolvente orgánico, y se suprime la tendencia del pigmento orgánico a quedar expuesto sobre las superficies de las partículas de base.
- Obsérvese que la estructura de enlace de amida se encuentra preferiblemente presente en el poliéster que contiene una estructura de enlace de amida. En concreto, la cantidad del poliéster que contiene una estructura de enlace de amida es preferiblemente de un 0,01 % en masa o más y de menos de un 3,0 % en masa, más preferiblemente de un 0,01 % en masa a un 1 % en masa, en relación con la cantidad total del tóner. Cuando la cantidad del poliéster que contiene una estructura de enlace de amida es de menos de un 0,01 % en masa, no se exhibe la función de la misma, y la dispersabilidad del pigmento se puede deteriorar. Cuando la cantidad del poliéster que contiene una estructura de enlace de amida es de un 3,0 % en masa o más, la capacidad de carga del tóner puede ser inestable.
- En la resina de dispersión de colorante (un poliéster que contiene una estructura de enlace de amida) para su uso en la presente invención, como un medio de control de la solubilidad, es preferible usar un compuesto de epoxi. Es decir, un grupo carboxilo en el poliéster se hace reaccionar con un grupo epoxi en el compuesto de epoxi con el fin de incorporar una estructura de enlace de éter y una estructura de enlace de éster que se deriva del compuesto de epoxi en la estructura de resina de poliéster y, de ese modo, se puede controlar la solubilidad de la resina de dispersión de colorante.
- El compuesto de epoxi no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma conveniente de acuerdo con el uso previsto. Los ejemplos de los compuestos de epoxi incluyen compuestos de mono-epoxi (por ejemplo, ésteres de monoglicidilo de ácido neodecanoico); resinas epoxídicas de tipo bisfenol A, resinas epoxídicas de tipo bisfenol F, resinas epoxídicas de tipo cresol novolaca, resinas epoxídicas de tipo fenol novolaca; y compuestos de poliepoxi (por ejemplo, diglicidil éter de etilen glicol, triglicidil éter de glicerina, triglicidil éter de trimetilpropano, triglicidil éter de trimetiletano, tetraglicidil éter de pentaeritritol y diglicidil éter de hidroquinona. Estos se pueden usar solos o en combinación.
- La resina de dispersión de colorante preferiblemente contiene una resina cristalina que se obtiene mediante la cristalización de una resina aglutinante.
- La resina cristalina es preferiblemente un poliéster cristalino. El poliéster cristalino se puede obtener mediante el calentamiento de una solución, en la que una resina de poliéster se disuelve en un disolvente orgánico con el fin de tener una concentración de resina de un 10 % o menor, y enfriar lentamente la solución en un estado de reposo. El grado de cristalinidad del polímero cristalino se puede controlar con la concentración de resina. Cuando la concentración de resina es baja, la resina cristalina se orienta con facilidad y, por lo tanto, el grado de cristalinidad se puede aumentar. El poliéster cristalino en la presente invención es preferiblemente un poliéster lineal, y más preferiblemente un poliéster aromático lineal.
- En el presente caso, el grado de cristalinidad quiere decir un estado entre un estado en el que un cierto polímero se encuentra presente como fases cristalinas con un 100 % de probabilidad y un estado en el que un cierto polímero se encuentra presente como fases amorfas con un 100 % de probabilidad. No obstante, debido a que es difícil hacer que esté presente una diversidad de fases cristalinas, y también es difícil reproducir un estado cristalizado al 100 % y un estado amorfo al 100 %, se debería considerar un índice del estado cristalizado. En general, cuanto más alta es la cristalinidad de un material, más alta se vuelve la densidad, y la densidad se puede usar como un índice de cristalinidad.
- Debido a que la resina de dispersión de colorante para una mezcla madre es una resina cristalina, la resina de dispersión de colorante preferiblemente tiene una densidad más alta que la resina que se usa para la resina aglutinante.
- La resina de dispersión de colorante preferiblemente tiene una densidad de 1,25 g/cm³ o superior y más baja que 1,45 g/cm³.

5 Cuando la densidad es más baja que $1,25 \text{ g/cm}^3$, la cristalinidad de la resina de dispersión de colorante es insuficiente, la resina que se usa en un tratamiento superficial del pigmento se disuelve en el disolvente, se expone la superficie de los pigmentos, y una interacción del tensioactivo se aumenta durante la granulación, dando lugar de ese modo aun deterioro en cuanto a la dispersabilidad del tóner, lo que puede dar lugar a un deterioro en cuanto a la calidad de imagen. Cuando la densidad es más alta que $1,45 \text{ g/cm}^3$, el tóner se funde en exceso cuando se fija en la formación de una imagen y, de forma desfavorable, puede tener lugar una imagen de offset en porciones sin imagen o puede que la fusión de tóner no tenga lugar dependiendo del material que se usa, no obstante, se vuelve difícil mantener de forma apropiada la capacidad de fijación.

10 Mediante el uso del poliéster cristalino que se obtuvo de este modo insoluble en disolventes orgánicos, se puede obtener un efecto de mejora de la capacidad de fijación en los procesos de fijación.

15 El polímero cristalino para su uso en la presente invención no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma conveniente de acuerdo con el uso previsto. Por ejemplo, el polímero cristalino se puede obtener a partir de los siguientes materiales.

20 El poliéster cristalino preferiblemente contiene, como un componente de alcohol, un compuesto de diol que tiene de 2 a 6 átomos de carbono (por ejemplo, 1,4-butanodiol, 1,6-hexanodiol y derivados de los mismos), como un componente de ácido, al menos uno que está seleccionado de entre un ácido maleico, un ácido fumárico, un ácido succínico y derivados de estos ácidos. Como un método de control de la cristalinidad y el punto de ablandamiento del polímero cristalino, por ejemplo, se puede ejemplificar un método de diseñar a nivel molecular un poliéster no lineal de forma conveniente para su uso. Tales poliésteres no lineales se pueden sintetizar mediante la adición de un alcohol trihídrico o polihídrico más alto (por ejemplo, glicerina) al componente de alcohol y la adición de un ácido carboxílico trivalente o polivalente superior (por ejemplo, anhídrido trimelítico) al componente de ácido en la síntesis de poliéster de tal modo que el polímero se polimeriza por condensación.

[Colorante que contiene pigmento orgánico]

30 El colorante que contiene pigmento orgánico no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma conveniente de entre los pigmentos conocidos. Los ejemplos de los pigmentos incluyen, pero sin limitarse a, negro de carbono, tintes de Nigrosina, óxido de hierro de color negro, amarillo naftol S, amarillo Hansa (10G, 5G y G), amarillo de cadmio, óxido de hierro de color amarillo, loess, amarillo de cromo, Amarillo Titán, amarillo de poliazol, amarillo de aceite, amarillo Hansa (GR, A, RN, R), Pigmento de color Amarillo L, amarillo de bencidina (G y GR), amarillo permanente (NCG), amarillo vulcan rápido (5G, R), laca de tartrazina, laca de amarillo de quinolina, 35 amarillo de antrasana BGL, amarillo de isoindolinona, óxido de hierro de color rojo, plomo de color rojo, plomo de color naranja, rojo de cadmio, rojo de cadmio y mercurio, naranja de antimonio, rojo permanente 4R, rojo para, rojo fuego, rojo de paracloroortonitro anilina, escarlata rápido lithol G, escarlata rápido brillante, carmín brillante BS, rojo permanente (F2R, F4R, FRL, FRL y F4RH), escarlata rápido VD, rubina rápida vulcan B, escarlata brillante G, lithol rubina GX, rojo permanente F5R, carmín brillante 6B, pigmento escarlata 3B, burdeos 5B, Granate de toluidina, burdeos permanente F2K, burdeos Helio BL, burdeos 10B, BON granate claro, BON granate medio, laca de eosina, laca de rodamina B, laca de rodamina Y, laca de alizarina, rojo de tioíndigo B, granate de tioíndigo, rojo de aceite, rojo de quinacridona, rojo de pirazolona, rojo de poliazol, bermellón de cromo, naranja de bencidina, naranja de perinona, naranja de aceite, azul cobalto, azul cerúleo, laca de azul alcalino, laca de azul pavo real, laca de azul victoria, azul de ftalocianina libre de metal, azul de ftalocianina, azul cielo rápido, azul de indantreno (RS y BC), 45 índigo, ultramarino, azul de Prusia, azul de antraquinona, violeta rápido B, laca de violeta de metilo, violeta de cobalto, violeta de manganeso, violeta de dioxano, violeta de antraquinona, verde de cromo, verde de zinc, óxido de cromo, viridián, verde de esmeralda, verde de pigmento B, verde de naftol B, oro de color verde, laca de color verde de ácido, laca de color verde de malaquita, verde de ftalocianina, verde de antraquinona, litozona y mezclas de los mismos. Estos se pueden usar solos o en combinación.

50 En particular, los ejemplos preferiblemente utilizables del colorante que contiene pigmento orgánico incluyen, pero sin limitarse a, colorantes de Pigmento de color Rojo (por ejemplo, C. I. Pigmento Rojo 122, C. I. Pigmento Rojo 269, C. I. Pigmento Rojo 238, C. I. Pigmento Rojo 146, y C. I. Pigmento Rojo 185); colorantes de C. I. Pigmento Amarillo (por ejemplo, C. I. Pigmento Amarillo 93, C. I. Pigmento Amarillo 128, C. I. Pigmento Amarillo 155, C. I. Pigmento Amarillo 180, C. I. Pigmento Amarillo 74, y C. I. Pigmento Amarillo 185); y colorantes de C. I. Pigmento Azul (por ejemplo, C. I. Pigmento Azul 15:3).

60 Algunos de los colorantes son excelentemente dispersables en el tóner sin usar un dispersante, no obstante, en lo que respecta a C. I. Pigmento Amarillo 74, C. I. Pigmento Amarillo 155, C. I. Pigmento Amarillo 180, C. I. Pigmento Amarillo 185, C. I. Pigmento Rojo 122 y similares, el pigmento orgánico tiende a moverse sobre las superficies de partículas de base y a estar localizado sobre las mismas cuando una emulsión o un líquido de dispersión, en el que una composición de tóner (una fase oleosa) se ha emulsionado o dispersado en un medio acuoso (una fase acuosa), se somete a una retirada de disolvente. Esto puede perjudicar de forma significativa la capacidad de carga del tóner resultante.

65

El colorante se usa en forma de mezcla madre de colorante (en lo sucesivo en el presente caso, se puede abreviar como "mezcla madre") en la que el pigmento orgánico y la resina de dispersión de colorante (un poliéster que contiene una estructura de enlace de amida) se amasan con calentamiento.

5 Como una unidad para producir la mezcla madre se pueden usar, por ejemplo, máquinas de dispersión de tipo alta fuerza cortante, tales como un molino de dos rodillos, un molino de triple rodillo, una amasadora, una extrusora uniaxial, una extrusora biaxial y una amasadora continua de rodillo abierto.

10 El diámetro de partícula del colorante en la mezcla madre es preferiblemente de 300 nm o menor, por ejemplo. Cuando el diámetro de partícula es más grande que 300 nm, y cuando se produce un tóner con el colorante, la calidad de imagen se puede deteriorar con facilidad. En particular, la transmisividad de la luz de OHP se puede deteriorar con facilidad. El diámetro de partícula del colorante es preferiblemente de 250 nm o menor, y más preferiblemente de 150 nm o menor (por ejemplo, en los ejemplos de la presente invención, cuando el estado de dispersión de pigmento se observó por medio de un TEM, un diámetro de pigmento de 150 nm o menor se clasificó como A; y un diámetro de pigmento de más de 150 nm y 250 nm o menor se clasificó como B). Obsérvese que en el caso de un colorante que tiene unos diámetros pequeños, la resistencia de color del tóner resultante se deteriora y, por lo tanto, el diámetro de partícula del colorante es preferiblemente de 30 nm o mayor, y más preferiblemente de 50 nm o mayor.

20 El diámetro de partícula del colorante (pigmento orgánico) se puede determinar por medio de observación de TEM de secciones transversales de partículas de tóner. En este caso, es importante determinar el diámetro de partícula del pigmento orgánico a partir de al menos 30 o más partículas de tóner.

25 La mezcla madre de colorante se disuelve en un disolvente orgánico soluble en el poliéster que contiene una estructura de enlace de amida, y la solución resultante se somete a una medición de tamaño de partícula mediante un método de dispersión de luz láser, usando un dispositivo de medición de distribución de tamaño de partícula de tipo dispersión/difracción de láser ("LA-920", que es fabricado por HORIBA Ltd.) y, de ese modo, se puede determinar el diámetro de partícula del colorante (pigmento orgánico).

30 El contenido de colorante (pigmento orgánico) en el tóner no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma conveniente de acuerdo con el uso previsto. Es, no obstante, preferible controlar la cantidad del pigmento orgánico para que sea de un 3 % en masa a un 15 % en masa, y más preferible controlar esta para que sea de un 5 % en masa a un 10 % en masa. Cuando el contenido de pigmento orgánico es de menos de un 3 % en masa, la potencia de tinción del tóner se deteriora. Por el contrario, cuando el contenido de pigmento orgánico es de más de un 15 % en masa, tiene lugar con facilidad en el tóner un fallo de dispersión del pigmento, y esto puede dar lugar a un deterioro en cuanto a las propiedades eléctricas del tóner.

[Resina aglutinante]

40 La resina aglutinante contiene al menos poliéster como un componente principal. Por medio de la inclusión de poliéster como el componente principal, se pueden hacer adecuadas unas propiedades que incluyen la capacidad de fijación a baja temperatura, la capacidad de carga, la transparencia y la dureza del tóner.

45 El polímero en la presente invención es una resina que tiene una estructura de poliéster que se puede obtener por medio de polimerización de condensación de un componente de alcohol y un componente de ácido carboxílico (componente de ácido), y también incluye virtualmente poliésteres que se modifican con el fin de no perjudicar las propiedades del mismo. Obsérvese que la polimerización de condensación de un componente de alcohol y un componente de ácido carboxílico se puede llevar a cabo preferiblemente en presencia de un catalizador de esterificación.

50 El componente de alcohol que constituye el poliéster (al que se puede hacer referencia como "polímero a base de poliéster" en lo sucesivo en el presente caso) no está particularmente limitado, y se ejemplifican los siguientes monómeros.

55 Los ejemplos de los componentes de alcohol dihidrico incluyen etilen glicol, propilen glicol, 1,3-butanodiol, 1,4-butanodiol, 2,3-butanodiol, dietilen glicol, trietilen glicol, 1,5-pentanodiol, 1,6-hexanodiol, neopentil glicol, 2-etil- 1,3-hexanodiol, bisfenol A hidrogenado y dioles que se pueden obtener por medio de la polimerización de éter cíclico (por ejemplo, un óxido de etileno y un óxido de propileno) con bisfenol A.

60 Los ejemplos de los alcoholes trihidricos o polihidricos más altos incluyen glicerina, pentaeritritol, trimetilolpropano, sorbitol, y sus productos de adición de óxido de alquileo (que tiene de 2 a 4 átomos de carbono) de alquileo.

El componente de ácido que forma el polímero a base de poliéster no está particularmente limitado, y se ejemplifican los siguientes monómeros.

65

Los ejemplos de los componentes de ácido divalente incluyen ácidos benceno dicarboxílicos (por ejemplo, ácido ftálico, ácido isoftálico y ácido tereftálico) o anhídridos de los mismos; ácidos alquil dicarboxílicos (por ejemplo, ácido succínico, ácido adípico, ácido sebáico y ácido azelaico) o anhídridos de los mismos; ácidos dibásicos insaturados (por ejemplo, ácido maleico, ácido citracónico, ácido itacónico, ácido alquenil succínico, ácido fumárico y ácido mesacónico); y anhídridos dibásicos insaturados (por ejemplo, anhídrido maleico, anhídrido citracónico, anhídrido itacónico y anhídrido alquenil succínico).

Los ejemplos del componente de ácido carboxílico trihídrico o polihídrico más alto incluyen ácido trimelítico, ácido piromelítico, ácido 1,2,4-benceno tricarboxílico, ácido 1,2,5-benceno tricarboxílico, ácido 2,5,7-naftaleno tricarboxílico, ácido 1,2,4-naftaleno tricarboxílico, ácido 1,2,4-butano tricarboxílico, ácido 1,2,5-hexano tricarboxílico, 1,3-dicarboxi-2-metil-2-metilenocarboxi propano, tetra(metilenocarboxi)metano, ácido 1,2,7,8-octano tetra carboxílico, ácido trímero Empol, y sus anhídridos y ésteres de alquilo inferior parciales.

Un peso molecular promedio en peso (Mw) de una fracción soluble en tetrahidrofurano (THF) del poliéster en una distribución de peso molecular que se mide por cromatografía de permeación en gel (GPC, *Gel Permeation Chromatography*) es preferiblemente de 7.500 a 30.000, y más preferiblemente de 10.000 a 20.000. Cuando el peso molecular promedio en peso (Mw) es de menos de 7.500, la estabilidad de almacenamiento termorresistente del tóner se puede deteriorar. Por el contrario, cuando el peso molecular promedio en peso (Mw) es de más de 30.000, la capacidad de fijación a baja temperatura del tóner se puede deteriorar.

La temperatura de transición vítrea del poliéster es preferiblemente de 40 °C a 70 °C, y más preferiblemente de 50 °C a 60 °C. Cuando la temperatura de transición vítrea (Tg) es más baja que 40 °C, la estabilidad de almacenamiento termorresistente del tóner se puede deteriorar, y cuando esta es más alta que 70 °C, la capacidad de fijación a baja temperatura del tóner se puede volver insuficiente.

El índice de acidez del poliéster es preferiblemente de 1,0 mgKOH/g a 50,0 mgKOH/g, y más preferiblemente de 1,0 mgKOH/g a 30,0 mgKOH/g. Al impartir de esta forma un índice de acidez al tóner, en general el tóner se carga negativamente con facilidad.

Un tóner que tiene un índice de acidez y un índice de hidroxilo que son, cada uno, más altos que el intervalo que se ha mencionado en lo que antecede es susceptible de verse afectado por las condiciones ambientales, por ejemplo, en unas condiciones de alta temperatura - alta humedad, o en unas condiciones de baja temperatura - baja humedad, y con facilidad da lugar a un deterioro en cuanto a la calidad de imagen.

En la presente invención, el índice de acidez de la resina aglutinante se determina de acuerdo con los siguientes métodos de (I) a (IV), y el procedimiento básico de medición es conforme con la norma JIS K-0070.

(I) Una muestra de resina aglutinante se usa después de que los aditivos que no sean una resina aglutinante (componentes de polímero) se hayan retirado de la misma o después de que se hayan determinado los índices de acidez y las cantidades de los componentes que no sean la resina aglutinante o la resina aglutinante reticulada. Un producto pulverizado de la muestra se pesa con precisión (de 0,5 g a 2,0 g), y el peso del componente de polímero se considera como W g. Por ejemplo, cuando el índice de acidez de una resina aglutinante se mide a partir de un tóner, el índice de acidez y las cantidades de los colorantes o materiales magnéticos se miden por separado y, a continuación, el índice de acidez de la resina aglutinante se determina por medio de un cálculo.

(II) La muestra se carga en un vaso de precipitados de 300 ml, y se añade a la misma una mezcla de tolueno/etanol (relación en volumen: 4/1) (150 (ml)) y se disuelve.

(III) La solución resultante se valora con una solución de KOH / etanol de 0,1 mol/l, usando un dispositivo de valoración potenciométrica.

(IV) La cantidad de la solución de KOH que se usa en este momento se considera como S (ml). De forma simultánea, se mide un valor en blanco, y la cantidad de la solución de KOH que se usa en este momento se considera como B (ml), y el índice de acidez de la muestra se calcula sobre la base de la siguiente ecuación (1), en la que f es un factor de KOH.

$$\text{Índice de acidez (mgKOH/g)} = [(S - B) \times f \times 5,61] / W \dots \text{Ecuación (1)}$$

El índice de hidroxilo del poliéster es preferiblemente de 5 mgKOH/g o superior, más preferiblemente de 10 mgKOH/g a 120 mgKOH/g, y más preferiblemente de 20 mgKOH/g a 80 mgKOH/g. Cuando el índice de hidroxilo es más bajo que 5 mgKOH/g, puede ser difícil lograr de forma simultánea la estabilidad de almacenamiento termorresistente y la capacidad de fijación a baja temperatura del tóner.

El índice de hidroxilo de la resina aglutinante se mide de acuerdo con el procedimiento básico que se describe en la norma JIS K-0070, de forma similar a lo que antecede.

Tal como se ha descrito en lo que antecede, el poliéster que se usa como el componente principal de la resina aglutinante en la presente invención contiene una resina (poliéster no modificado) que contiene un enlace de

poliéster que se obtiene por medio de polimerización de condensación de un componente de alcohol y un componente de ácido carboxílico, y un poliéster modificado que tiene una unidad de enlace que no sea el enlace de poliéster. Mientras tanto, como el componente de resina aglutinante que no sea poliéster, se pueden usar diversos tipos de resina según se requiera.

5 Los ejemplos del componente de resina aglutinante que no sea poliéster incluyen estireno (por ejemplo, poliestireno, poli(p-cloroestireno) y polivinil tolueno) o polímeros de productos de sustitución de los mismos; copolímeros a base de estireno (por ejemplo, copolímeros de estireno - p-cloroestireno, copolímeros de estireno - propileno, copolímeros de estireno - vinil tolueno, copolímeros de estireno - acrilato de metilo, copolímeros de estireno - acrilato de etilo, copolímeros de estireno - ácido metacrílico, copolímeros de estireno - metacrilato de metilo, copolímeros de estireno - metacrilato de etilo, copolímeros de estireno - metacrilato de butilo, copolímeros de estireno - acrilato de α -clorometilo, copolímeros de estireno - acrilonitrilo, copolímeros de estireno - vinil metiletil cetona, copolímeros de estireno - butadieno, copolímeros de estireno - isopreno, copolímeros de estireno - acrilonitrilo - indeno, copolímeros de estireno - ácido maleico y copolímeros de estireno - éster del ácido maleico); resinas de poli(metacrilato de metilo), resinas de poli(metacrilato de butilo), resinas de poli(cloruro de vinilo), resinas de poli(acetato de vinilo), resinas de polietileno, resinas de poliéster, resinas de poliuretano, resinas epoxídicas, resinas de epoxi - poliol, poliuretano, poliamida, resinas de polivinil butiral, resinas de ácido poliacrílico, resinas de colofonia, resinas de colofonia modificada, resinas de terpeno, resinas de hidrocarburo alifáticas o aromáticas, resinas de petróleo aromáticas, parafina clorada y ceras de parafina. Estas se pueden usar solas o se pueden usar en combinación en forma de mezcla junto con el poliéster.

En la presente invención, como el poliéster, se puede usar un poliéster no modificado y/o un poliéster modificado.

25 Tal como se ha descrito en lo que antecede, un poliéster no modificado y un poliéster modificado se pueden usar en combinación. Mediante el uso de un poliéster no modificado se mejoran, por ejemplo, la capacidad de fijación a baja temperatura y el brillo en el caso de usar un aparato de formación de imagen a todo color. Obsérvese que, cuando un poliéster no modificado se usa en combinación, es preferible usar un poliéster modificado que tiene un constituyente análogo al del poliéster no modificado, en términos de la capacidad de fijación a baja temperatura y la resistencia de offset en caliente.

30 En la presente invención, como el poliéster modificado, es posible usar un polímero que se produce por medio de un método en una sola etapa, un método de prepolímero o similares.

35 Con el uso de un poliéster modificado, el peso molecular de los componentes de polímero del mismo se puede controlar con facilidad, y en un tóner seco, en concreto, se puede asegurar la capacidad de fijación a baja temperatura sin aceite (una capacidad de liberación de amplio rango sin la necesidad de usar un mecanismo de aplicación de aceite liberable para un medio de calentamiento para la fijación, y la capacidad de fijación).

40 Como el poliéster modificado, se puede usar un poliéster modificado con estireno o un poliéster modificado con olefina.

45 El poliéster modificado con estireno o el poliéster modificado con olefina puede ser una resina que se obtiene por medio de la modificación de una resina de poliéster con una resina de estireno o una resina de olefina, o una resina que se obtiene por medio de la modificación de una resina de estireno o una resina de olefina con una resina de poliéster. Un poliéster modificado con estireno o un poliéster modificado con olefina de este tipo se puede obtener por medio de síntesis, o también se pueden usar productos disponibles en el mercado.

50 Como el poliéster modificado, se puede usar una resina que está formada por un precursor de resina (una resina que se forma usando un compuesto que contiene un hidrógeno activo y un polímero que tiene un grupo funcional reactivo con el grupo hidrógeno activo del compuesto que contiene un hidrógeno activo).

55 Como el polímero, se usa preferiblemente un poliéster que tiene un grupo funcional reactivo con un grupo hidrógeno activo. Al hacer reaccionar un compuesto que contiene un hidrógeno activo con el polímero que tiene un grupo funcional reactivo con el grupo hidrógeno activo del compuesto que contiene un hidrógeno activo, es posible obtener un tóner que contiene las partículas de base adicionalmente excelente en cuanto a la resistencia de offset en caliente.

60 Cuando el líquido de composición de tóner contiene un poliéster no modificado junto con el poliéster que tiene un grupo funcional reactivo con un grupo hidrógeno activo, una relación de masa [(B) / (A)] del poliéster (B) que tiene un grupo funcional reactivo con un grupo hidrógeno activo con respecto a un poliéster no modificado (A) es preferiblemente de 1/19 a 3/1.

65 Cuando la relación de masa [(B) / (A)] es de menos de 1/19, el efecto de la resistencia de offset en caliente puede ser insuficiente, y cuando la relación de masa es de más de 3/1, esto puede afectar de forma adversa a la capacidad de fijación a baja temperatura.

A través de la reacción del compuesto que contiene un hidrógeno activo, y el polímero reactivo con el grupo hidrógeno activo (que se puede abreviar como "prepolímero de poliéster"), se puede obtener el poliéster modificado.

5 Los ejemplos del poliéster que tiene un grupo funcional reactivo con un grupo hidrógeno activo incluyen prepolímeros de poliéster que tienen un grupo isocianato o un grupo epoxi, un grupo carboxi, un grupo -COCl y similares. De entre estos grupos, los grupos isocianato son preferibles debido a que un poliéster modificado con urea se puede obtener a través de una reacción con un compuesto que contiene un hidrógeno activo (aminas). En concreto, un poliéster modificado con urea posibilita la supresión de la adhesividad a los medios de calentamiento para la fijación, al tiempo que se mantiene una alta aptitud a la fluencia y una alta transparencia en el intervalo de temperatura de fijación del propio poliéster no modificado. Es decir, mediante la incorporación de un poliéster modificado, en el que un poliéster que tiene un grupo isocianato se somete a una reacción de extensión de cadena con un compuesto que contiene un hidrógeno activo (aminas), en la resina aglutinante, es posible ampliar la diferencia entre la mínima temperatura de fijación y la temperatura de aparición de offset en caliente y contribuir a la mejora en cuanto a la anchura de intervalo de capacidad de liberación.

15 Un poliéster de este tipo que tiene un grupo funcional reactivo con un grupo hidrógeno activo se puede sintetizar con facilidad por medio de una reacción entre un agente de isocianación convencionalmente conocido y el prepolímero de poliéster que sirve como una base.

20 Los ejemplos del agente de isocianación incluyen poliisocianatos alifáticos (por ejemplo, tetrametilen diisocianato, hexametilen diisocianato, y 2,6-diisocianatometil caproato); poliisocianatos alicíclicos (por ejemplo, isoforona diisocianato y ciclohexil metano diisocianato); diisocianatos aromáticos (tolilen diisocianato, difenilmetano diisocianato); diisocianatos alifáticos aromáticos (por ejemplo, $\alpha,\alpha,\alpha',\alpha'$ -tetrametilxilen diisocianato); isocianuratos; compuestos que se obtienen mediante el bloqueo del poliisocianato con un derivado de fenol, oxima, caprolactama o similares; y mezclas de los mismos.

25 El poliéster modificado con urea se puede obtener por medio de una reacción entre un prepolímero de poliéster que tiene un grupo isocianato y aminas, y como las aminas, se pueden ejemplificar compuestos de diamina, compuestos de poliamina trivalentes o superiores, compuestos de amino alcohol, compuestos de amino mercaptano, compuestos de aminoácido y compuestos que se obtienen mediante el bloqueo de un grupo amino de estos compuestos.

30 Los ejemplos de los compuestos de diamina incluyen diaminas aromáticas (por ejemplo, fenilen diamina, dietil toluen diamina, dietil toluen diamina, 4,4'-diaminadifenilmetano); diaminas alicíclicas (4,4'-diamino-3,3'-dimetildiciclohexilmetano, diaminociclohexano e isoforona diamina); y diaminas alifáticas (por ejemplo, etilen diamina, tetrametilen diamina y hexametilen diamina).

Los ejemplos de los compuestos de poliamina trivalente o superior incluyen dietilen triamina y trietilen tetramina.

40 Los ejemplos de los compuestos de amino alcohol incluyen etanol amina e hidroxietil anilina.

Los ejemplos de los compuestos de amino mercaptano incluyen aminoetil mercaptano y aminopropil mercaptano.

Los ejemplos de los compuestos de aminoácido incluyen ácido aminopropiónico y ácidos aminocaproicos.

45 Los ejemplos de los compuestos que se obtienen mediante el bloqueo de un grupo amino de estos compuestos incluyen compuestos de quetimina que se obtienen a partir de las aminas y cetonas (por ejemplo, acetona, metil etil cetona y metil isobutil cetona) y compuestos de oxazolína.

50 De estas aminas, se prefieren los compuestos de diamina, y una mezcla de un compuesto de diamina y una pequeña cantidad de un compuesto de poliamina. Además, también se pueden usar aminas como un agente de reticulación y un agente de extensión de cadena.

55 Además, un terminador de cadena se puede usar para controlar el peso molecular del poliéster modificado (poliéster modificado con urea). Los ejemplos del terminador de cadena incluyen monoamina (dietil amina, dibutil amina, butil amina y lauril amina); y compuestos de quetimina que se obtienen mediante el bloqueo de un grupo amino de las monoaminas.

60 La relación de mezcla de las aminas, como una relación equivalente $[NCO] / [NHx]$ del contenido de grupo isocianato $[NCO]$ en el poliéster modificado con respecto al contenido de grupo amino $[NHx]$ en las aminas, es, por lo general, de 1/2 a 2/1, preferiblemente de 1,5/1 a 1/1,5, y más preferiblemente de 1,2/1 a 1/1,2. Cuando la relación equivalente $[NCO] / [NHx]$ es de más de 2 o de menos de 1/2, el peso molecular del poliéster modificado con urea disminuye después de la reacción de extensión de cadena, y la resistencia de offset en caliente del tóner se puede deteriorar.

65 El tiempo de reacción está seleccionado de forma conveniente de acuerdo con la reactividad dependiendo de una combinación de un grupo isocianato que es poseído por el prepolímero de poliéster y aminas, no obstante, el tiempo

de reacción es, por lo general, de 10 minutos a 40 horas, y más preferiblemente de 2 horas a 24 horas. La temperatura de reacción es, por lo general, de 0 °C a 150 °C, y de 40 °C a 98 °C. De acuerdo con la necesidad, se pueden usar catalizadores conocidos tales como laurato de dibutil estaño y laurato de dioctil estaño.

5 Obsérvese que, cuando se sintetiza el poliéster modificado con urea, se pueden añadir alcoholes además de aminas para formar un enlace de uretano. La relación molar del enlace de uretano con respecto al enlace de urea que se genera como en lo que antecede es preferiblemente de 0 a 9, más preferiblemente de 1/4 a 4/1, y aún más preferiblemente de 2/3 a 7/3. Cuando la relación molar es más grande que 9, la resistencia de offset en caliente del tóner se puede deteriorar.

10 En la presente invención, el poliéster modificado (poliéster modificado con urea) puede contener un enlace de uretano junto con el enlace de urea. La relación molar del contenido de enlace de urea con respecto al contenido de enlace de uretano en el poliéster modificado es, por lo general, de 100/0 a 10/90, preferiblemente de 80/20 a 20/80, y aún más preferiblemente de 60/40 a 30/70. Cuando la relación molar del contenido de enlace de urea es de menos de un 10 %, la resistencia de offset en caliente del tóner se deteriora.

15 El peso molecular promedio en peso del poliéster modificado con urea no está particularmente limitado. Este es, no obstante, preferiblemente de 10.000 o más, preferiblemente de 20.000 a 10.000.000, y más preferiblemente de 30.000 a 1.000.000. Cuando el peso molecular promedio en peso del poliéster modificado con urea es de menos de 10.000, la resistencia de offset en caliente del tóner se deteriora. Cuando el poliéster modificado con urea se usa en combinación con un poliéster no modificado, el peso molecular promedio en peso del poliéster modificado con urea no está particularmente limitado, y este puede ser un peso molecular promedio en número mediante el cual se puede obtener con facilidad el peso molecular promedio en peso que se ha mencionado en lo que antecede.

25 La cantidad del agente de isocianación cuando se obtiene el poliéster que contiene un grupo isocianato, como una relación equivalente $[NCO] / [OH]$ del contenido de grupo isocianato $[NCO]$ con respecto al contenido de grupo hidroxilo $[OH]$ en el poliéster que sirve como una base, es, por lo general, de 5/1 a 1/1, preferiblemente de 4/1 a 1,2/1, y aún más preferiblemente de 2,5/1 a 1,5/1. Cuando la relación equivalente $[NCO] / [OH]$ es de más de 5, la capacidad de fijación a baja temperatura del tóner se deteriora. Cuando la relación molar de $[NCO]$ es de menos de 1, se reduce el contenido de urea en el poliéster modificado, y la resistencia de offset en caliente del tóner se deteriora.

35 La cantidad del agente de isocianación que está contenido en el poliéster modificado es, por lo general, de un 0,5 % en masa a un 40 % en masa, preferiblemente de un 1 % en masa a un 30 % en masa, y aún más preferiblemente de un 2 % en masa a un 20 % en masa. Cuando el contenido de agente de isocianación es de menos de un 0,5 % en masa, esto es desventajoso en cuanto a lograr de forma simultánea tanto la estabilidad de almacenamiento termorresistente como la capacidad de fijación a baja temperatura, además de un deterioro en cuanto a la resistencia de offset en caliente. Por el contrario, cuando el contenido de agente de isocianación es de más de un 40 % en masa, la capacidad de fijación a baja temperatura se puede deteriorar.

40 Además, un poliéster cristalino se puede incorporar como un polímero en la resina aglutinante. En este caso, es importante que el poliéster cristalino sea insoluble en el disolvente orgánico para su uso en la preparación de un líquido de composición de tóner (una fase oleosa) y en la formación de partículas de base mediante el emulsionado o la dispersión de la fase oleosa en un medio acuoso (una fase acuosa).

45 El poliéster cristalino es el que se obtiene mediante una reacción entre un componente de alcohol y un componente de ácido, y un poliéster que tiene al menos un punto de fusión. En la presente invención, el punto de fusión del polímero cristalino [que se corresponde con una temperatura endotérmica de pico que se mide por calorimetría diferencial de barrido (DSC, *differential scanning calorimetry*)] es preferiblemente de 60 °C a 110 °C. Cuando el punto de fusión es más bajo que 60 °C, la estabilidad de almacenamiento termorresistente se deteriora, y un bloqueo de tóner tiene lugar con facilidad a una temperatura en el interior de un dispositivo de revelado. Por el contrario, la temperatura endotérmica de pico es más alta que 110 °C, no se puede obtener una capacidad de fijación a baja temperatura suficiente debido al aumento en la mínima temperatura de fijación.

55 [Agente de liberación]

El agente de liberación no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma conveniente de entre los que se conocen en la técnica de acuerdo con el uso previsto. Por ejemplo, preferiblemente se ejemplifican ceras.

60 Los ejemplos de las ceras incluyen ceras a base de hidrocarburo y ceras que contienen un grupo carbonilo. De entre estas, las ceras a base de hidrocarburo son particularmente preferibles. Los ejemplos de las ceras a base de hidrocarburo incluyen ceras de polietileno, ceras de polipropileno, ceras de parafina y ceras Sasol.

65 Ejemplos específicos de las ceras que contienen un grupo carbonilo incluyen éster del ácido polialcanoico, éster de polialcanol, amida de ácido polialcanoico, polialquilamida y dialquil cetona.

Los ejemplos del éster del ácido polialcanoico incluyen cera de carnauba, cera de montana, trimetilolpropano tribehenato, pentaeritritol tetrabehenato, pentaeritritol diacetatodibehenato, tribehenato de glicerina, diestearato de 1,18-octadecanodiol.

5 Los ejemplos de la amida del ácido polialcanoico incluyen dibehenilamida.

Los ejemplos del éster de polialcanol incluyen triestearilo de ácido trimelítico y maleato de diestearilo.

Los ejemplos de la polialquilamida incluyen triestearil amida de ácido trimelítico.

10

Los ejemplos de la dialquil cetona incluyen diestearil cetona.

El punto de fusión del agente de liberación no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma conveniente de acuerdo con el uso previsto. Este es, no obstante, preferiblemente de 50 °C o superior, más preferiblemente de 60 °C a 160 °C, y aún más preferiblemente de 70 °C a 120 °C. Cuando el punto de fusión es más bajo que 50 °C, la cera puede afectar de forma adversa a la estabilidad de almacenamiento termorresistente. Cuando el punto de fusión es más alto que 160 °C, el offset en frío es propenso a tener lugar durante la fijación en unas condiciones de baja temperatura. Obsérvese que, el punto de fusión del agente de liberación se mide por calorimetría diferencial de barrido (DSC, *differential scanning calorimetry*), de forma similar al punto de fusión del poliéster cristalino.

15

20

La viscosidad en fundido del agente de liberación, como un valor medido a una temperatura 20 °C más alta que el punto de fusión de la cera, es preferiblemente de 5 mPa·s a 500 mPa·s, y más preferiblemente de 10 mPa·s a 100 mPa·s. Cuando la viscosidad en fundido del agente de liberación es de menos de 5 mPa·s, la capacidad de liberación se puede deteriorar, y cuando esta es de más de 500 mPa·s, puede que no se obtenga el efecto de mejorar la resistencia de offset en caliente y la capacidad de fijación a baja temperatura.

25

La viscosidad en fundido del agente de liberación se mide usando, por ejemplo, un viscosímetro rotacional de tipo B.

30

La cantidad del agente de liberación que está contenido en el tóner no está particularmente limitada y se puede seleccionar de forma conveniente de acuerdo con el uso previsto. Esta es, no obstante, preferiblemente de un 0 % en masa a un 40 % en masa, y más preferiblemente de un 3 % en masa a un 30 % en masa. Cuando la cantidad del agente de liberación supera un 40 % en masa, la aptitud a la fluencia del tóner se puede deteriorar.

35

Tal como se ha descrito en lo que antecede, el método para producir un tóner de la presente invención incluye disolver o dispersar, en un disolvente orgánico, una resina aglutinante que contiene al menos poliéster como el componente principal, una mezcla madre de colorante que se obtiene mediante el amasado en fundido de un colorante que contiene pigmento orgánico y una resina de dispersión de colorante que tiene un peso molecular promedio en peso (Mw) de 5.000 a 50.000 y contiene un poliéster que contiene una estructura de enlace de amida; y un agente de liberación para preparar un líquido de composición de tóner (una fase oleosa); y emulsionar o dispersar la fase oleosa en un medio acuoso (una fase acuosa), en el que se han dispersado partículas finas de resina, para preparar una emulsión o un líquido de dispersión y, a continuación, retirar el disolvente de la emulsión o el líquido de dispersión para de ese modo formar partículas de base.

40

45

En la presente invención, una resina aglutinante, una mezcla madre que se obtiene mediante el amasado en fundido de un colorante que contiene pigmento orgánico y una resina de dispersión de colorante que contiene un poliéster que tiene un peso molecular promedio en peso (Mw) de 5.000 a 50.000 y que contiene una estructura de enlace de amida, y un agente de liberación se disuelven o se dispersan en un disolvente orgánico para preparar un líquido de composición de tóner, y el líquido de composición de tóner se emulsiona o se dispersa en un medio acuoso, en el que se han dispersado partículas finas de resina y, de ese modo, el líquido de composición de tóner puede contener un precursor de resina. A través de la reacción del precursor de resina, la resina aglutinante se puede incorporar en el líquido de composición de tóner. Es decir, el líquido de composición de tóner puede contener, como un precursor de resina, un compuesto que contiene un hidrógeno activo y un polímero que tiene un grupo funcional reactivo con el grupo hidrógeno activo (al que se puede hacer referencia como "prepolímero de poliéster"), y contiene un poliéster modificado que se obtiene mediante una reacción del prepolímero de poliéster y el compuesto que contiene un hidrógeno activo como una resina aglutinante.

50

55

Obsérvese que el líquido de composición de tóner puede contener el líquido de composición de material de tóner que se menciona en lo sucesivo (al que se puede hacer referencia como "material de tóner") (por ejemplo, un agente de control de carga), que no sea los materiales de tóner que se han descrito en lo que antecede.

60

Lo siguiente describe el caso en el que se usa un poliéster que tiene un grupo isocianato como el poliéster que tiene un grupo funcional reactivo con el grupo hidrógeno activo, y se hace reaccionar con el compuesto que contiene un hidrógeno activo (aminas) para de ese modo formar un poliéster modificado (poliéster modificado con urea). En concreto, lo siguiente describe un método de obtención de partículas de base de tóner a través de una reacción de

65

un poliéster, el [prepolímero de poliéster (a)] que tiene un grupo isocianato con un compuesto que contiene un hidrógeno activo [aminas (b)].

5 Como el método de obtención de partículas de base de tóner, se puede ejemplificar un método en el que una resina de dispersión de colorante que contiene un poliéster [que contiene aminas (b) como uno de los constituyentes, y un prepolímero de poliéster (a)], un colorante que contiene pigmento orgánico y un polímero que contiene una estructura de enlace de amida y que tiene un peso molecular promedio en peso (Mw) de 5.000 a 50.000 se amasa en fundido para preparar una mezcla madre de colorante; una composición de material de tóner que contiene la mezcla madre de colorante y un agente de liberación se disuelve o se dispersa en un disolvente orgánico para
10 preparar un líquido de composición de tóner; el líquido de composición de tóner se emulsiona o se dispersa en un medio acuoso en el que se han dispersado partículas finas de resina, seguido por la retirada del disolvente orgánico, lavado y secado mientras o después de que el prepolímero de poliéster (a) se haya hecho reaccionar con las aminas (b).

15 En el presente caso, además del material de tóner, el líquido de composición de tóner puede contener un poliéster no modificado, un poliéster cristalino y otros componentes. Como los otros componentes, por ejemplo, se usa un agente de control de carga. Tales otros componentes se pueden mezclar en el disolvente orgánico cuando se prepara el líquido de composición de tóner, no obstante, es preferible que, después de que el líquido de composición de tóner se haya preparado usando la composición de material de tóner, estos se disuelven o se dispersan en el
20 líquido de composición de tóner. Obsérvese que algunos de los otros materiales de tóner (por ejemplo, agente de control de carga) no se mezclan necesariamente en el medio acuoso (la fase acuosa) en el que se han dispersado partículas finas de resina en el momento del emulsionado o la dispersión del líquido de composición de tóner en el medio acuoso, y se pueden añadir después de que el líquido de composición de tóner se haya emulsionado o dispersado en el medio acuoso.

25 [Partículas finas de resina]

En la presente invención, las partículas finas de resina que se dispersan en el medio acuoso no están particularmente limitadas, siempre que estas sean una resina capaz de formar un líquido de dispersión acuosa en el
30 medio acuoso, y se puede seleccionar de forma conveniente de entre las resinas conocidas de acuerdo con el uso previsto. Por ejemplo, las partículas finas de resina pueden ser una resina termoplástica y una resina termoestable. Los ejemplos de las mismas incluyen resinas de vinilo, resinas de poliuretano, resinas epoxídicas, resinas de poliéster, resinas de poliamida, resinas de poliimida, resinas de silicio, resinas de fenol, resinas de melamina, resinas de urea, resinas de anilina, resinas de ionómero y resinas de policarbonato.

35 Estas resinas se pueden usar solas o en combinación. De entre estas, desde el punto de vista de que un líquido de dispersión acuosa que contiene partículas de resina finas y de forma esférica se pueda obtener con facilidad, las partículas finas de resina están preferiblemente formadas por al menos una que está seleccionada de entre resinas de vinilo, resinas de poliuretano, resinas epoxídicas y resinas de poliéster.

40 Obsérvese que la resina de vinilo es un polímero que se obtiene por medio de monopolimerización o copolimerización de un monómero de vinilo. Los ejemplos de la misma incluyen una resina de éster del ácido (met)acrílico - estireno, un copolímero de estireno - butadieno, un polímero de ácido (met)acrílico - éster del ácido acrílico, un copolímero de estireno - acrilonitrilo, un copolímero de estireno - anhídrido maleico y un copolímero de estireno - ácido (met)acrílico.

45 Como las partículas finas de resina, también se puede usar un copolímero que contiene un monómero que tiene al menos dos grupos insaturados.

50 El monómero que tiene al menos dos grupos insaturados no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma conveniente de acuerdo con el uso previsto. Ejemplos específicos del mismo incluyen sal de sodio de éster de sulfato de producto de adición de ácido metacrílico - óxido de etileno ("ELEMNOL RS-30" que es producido por Sanyo Chemical Industries, Ltd.), divinilbenceno y 1,6-hexanodiol acrilato.

55 Las partículas finas de resina se pueden obtener a través de polimerización por medio de un método conocido que está seleccionado de forma conveniente que está seleccionado de forma conveniente de acuerdo con el fin, no obstante, es preferible obtener las partículas finas en forma de líquido de dispersión acuosa de las partículas finas de resina. Como un método adecuado de preparación del líquido de dispersión acuosa de las partículas finas de resina, se ejemplifican los siguientes métodos:

60 (i) En el caso de la resina de vinilo, un método en el que se usa un monómero de vinilo como un material de partida y se somete a una cualquiera de unas reacciones de polimerización que están seleccionadas de entre un método de polimerización de suspensión, un método de polimerización de emulsificación, un método de polimerización de siembra y un método de polimerización de dispersión, para producir directamente de ese modo
65 un líquido de dispersión acuosa de partículas finas de resina;

- (ii) En el caso de una resina de tipo poliadición o condensación, tal como la resina de poliéster, la resina de poliuretano y la resina epoxídica, un método en el que un precursor (monómero, oligómero, etc.) o una solución de disolvente del mismo se dispersa en un medio acuoso en presencia de un dispersante apropiado y, a continuación, el líquido de dispersión resultante se calienta, o se añade al mismo un agente de endurecimiento con el fin de endurecerse, para producir de ese modo una dispersión acuosa de partículas finas de resina;
- (iii) En el caso de una resina de tipo poliadición o condensación, tal como la resina de poliéster, la resina de poliuretano y la resina epoxídica, un método en el que un emulsionante apropiado se disuelve en un precursor (monómero, oligómero, etc.) o una solución de disolvente del mismo (que es preferiblemente un líquido, o que puede formar un líquido mediante calentamiento), seguido por la adición de agua para realizar de ese modo una inversión de fase de la emulsión;
- (iv) Un método en el que una resina que se produce de forma preliminar por medio de una reacción de polimerización (que puede ser una cualquiera de polimerización de adición, polimerización de apertura de anillo, poliadición, policondensación, y polimerización de condensación) se pulveriza por medio de un micropulverizador de tipo rotación mecánica o de tipo chorro, a continuación se somete a una clasificación para obtener partículas finas de resina, y se dispersa en agua, en presencia de un dispersante apropiado;
- (v) Un método en el que una resina que se produce de forma preliminar por medio de una reacción de polimerización (que puede ser una cualquiera de polimerización de adición, polimerización de apertura de anillo, poliadición, policondensación, y polimerización de condensación) se disuelve en un disolvente para preparar una solución de resina, la solución de resina se pulveriza en forma de niebla para obtener partículas finas de resina, y las partículas finas de resina se dispersan en agua en presencia de un dispersante apropiado;
- (vi) Un método en el que una resina que se produce de forma preliminar por medio de una reacción de polimerización (que puede ser una cualquiera de polimerización de adición, polimerización de apertura de anillo, poliadición, policondensación, y polimerización de condensación) se disuelve en un disolvente para preparar una solución de resina, un mal disolvente se añade a la solución de resina, o una solución de resina que se disuelve de forma preliminar en un disolvente mediante calentamiento, seguido por un enfriamiento con el fin de precipitar partículas finas de resina, posteriormente el disolvente se retira de la solución de resina para obtener partículas finas de resina y, a continuación, las partículas finas de resina se dispersan en agua en presencia de un dispersante apropiado;
- (vii) Un método en el que una resina que se produce de forma preliminar por medio de una reacción de polimerización (que puede ser una cualquiera de polimerización de adición, polimerización de apertura de anillo, poliadición, policondensación, y polimerización de condensación) se disuelve en un disolvente para preparar una solución de resina, la solución de resina se dispersa en un medio acuoso en presencia de un dispersante apropiado y, a continuación, el disolvente se retira de la misma con calentamiento o a presión reducida; y
- (viii) Un método en el que una resina que se produce de forma preliminar por medio de una reacción de polimerización (que puede ser una cualquiera de polimerización de adición, polimerización de apertura de anillo, poliadición, policondensación, y polimerización de condensación) se disuelve en un disolvente para preparar una solución de resina, un emulsionante apropiado se disuelve en la solución de resina y, a continuación, se añade agua a la solución de resina para realizar de ese modo una inversión de fase de la emulsión.
- Además, es preferible usar un dispersante en el medio acuoso según se requiera, desde el punto de vista de estabilizar las gotitas de aceite de la solución o el líquido de dispersión en el proceso de emulsificación o de dispersión que se menciona en lo sucesivo y de obtener una distribución de tamaño de partícula más angosta al tiempo que se obtiene una forma deseada de las partículas finas de resina.
- El dispersante no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma conveniente de acuerdo con el uso previsto. Los ejemplos del mismo incluyen tensioactivos, dispersantes de compuestos inorgánicos poco solubles en agua y coloides protectores a base de polímero.
- Estos dispersantes se pueden usar solos o en combinación. De entre estos, son preferibles los tensioactivos.
- Los ejemplos de los tensioactivos incluyen tensioactivos aniónicos, tensioactivos catiónicos, tensioactivos no iónicos y tensioactivos anfotéricos.
- Ejemplos específicos de los tensioactivos aniónicos incluyen sales de ácido alquilbenceno sulfónico, sales de ácido α -olefina sulfónico, fosfatos, y tensioactivos aniónicos que tienen un grupo fluoroalquilo, prefiriéndose los tensioactivos aniónicos que tienen un grupo fluoroalquilo. Ejemplos específicos de los tensioactivos aniónicos que tienen un grupo fluoroalquilo incluyen ácidos fluoroalquil carboxílicos que tienen de 2 a 10 átomos de carbono o sales de metal de los mismos, ácido perfluorooctano sulfonil glutámico de disodio, 3-[omega-fluoroalquil (C6 a C11) oxil]-1-alkil (C3 a C4) sulfonato de sodio, 3-[omega-fluoroalcanoil (C6 a C8)-N-etilamino]- 1-propano sulfonato de sodio, ácidos fluoroalquil (C11 a C20) carboxílicos o sales de metal de los mismos, ácidos perfluoroalquil carboxílicos (C7 a C13) o sales de metal de los mismos, ácidos perfluoroalquil (C4 a C12) sulfónicos o sales de metal de los mismos, ácido perfluorooctano sulfónico dietanolamida, N-propil-N-(2-hidroxiethyl)perfluorooctano sulfonamida, sales de perfluoroalquil (C6 a C10) sulfonamida propil trimetilamonio, sales de perfluoroalquil (C6 a C10)-N-etilsulfonil glicina y fosfato de mono-perfluoroalquil (C6 a C16) etilo. Los ejemplos de los productos disponibles en el mercado de los tensioactivos aniónicos que tienen un grupo fluoroalquilo incluyen SURFLON S-111, S-112 y S-113 (que son fabricados por Asahi Glass Co., Ltd); FLURAD FC-93, FC-95, FC-98 y FC-129 (que

son fabricados por Sumitomo 3M Co., Ltd); UNIDINE DS-101 y DS-102 (que son fabricados por Daikin Industries, Ltd); MEGAFACE F-110, F-120, F-113, F-191, F-812 y F-833 (que son fabricados por Dainippon Ink & Chemicals, Inc.); F-TOP EF-102, 103, 104, 105, 112, 123A, 123B, 306A, 501, 201 y 204 (que son fabricados por Tochem Products Co., Ltd); y FTERGENT F-100 y F150 (que son fabricados por Neos Co., Ltd).

Los ejemplos de los tensioactivos catiónicos incluyen tensioactivos de tipo sal de amina, tensioactivos catiónicos de tipo sal de amonio cuaternario y tensioactivos catiónicos que contienen un grupo fluoroalquilo. Ejemplos específicos de los tensioactivos de tipo sal de amina incluyen sales de alquil amina, derivados de ácido graso de amino alcohol, derivados de ácido graso de poliamina e imidazolina. Ejemplos específicos de los tensioactivos catiónicos de tipo sal de amonio cuaternario incluyen sal de alquiltrimetil amonio, sal de dialquildimetil amonio, sales de alquildimetilbencil amonio, sal de piridinio, sal de alquilisoquinolinio y cloruro de bencetonio. Ejemplos específicos de los tensioactivos catiónicos que contienen un grupo fluoroalquilo incluyen amina alifática primaria, secundaria o terciaria que tiene un grupo fluoroalquilo, sal de amonio cuaternario alifático (por ejemplo, sal de perfluoroalquil (C6 a C10) sulfonamida propil trimetil amonio), sal de benzalconio, cloruro de bencetonio, sal de piridinio y sal de imidazolinio.

Los ejemplos de los productos disponibles en el mercado del tensioactivo catiónico incluyen SURFLON S-121 (que es fabricado por Asahi Glass Co., Ltd); FLUORAD FC-135 (que es fabricado por Sumitomo 3M Co., Ltd); UNIDINE DS-202 (que es fabricado por Daikin Industries, Ltd), MEGAFACE F-150 y F-824 (que son fabricados por Dainippon Ink & Chemicals, Inc.); F-TOP EF-132 (que es fabricado por Tochem Products Co., Ltd); y FTERGENT F-300 (que es fabricado por Neos Co., Ltd).

- Agente de control de carga -

El agente de control de carga no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma conveniente de entre los agentes de control de carga conocidos de acuerdo con el uso previsto. No obstante, cuando se usa un material coloreado, el tono de color se puede cambiar y, por lo tanto, es preferible un material incoloro o un material cercano al color blanco. Los ejemplos de los mismos incluyen colorantes a base de trifenilmetano, pigmentos de quelato de ácido de molibdeno, colorantes a base de rodamina, aminas a base de alcoxi, sales de amonio cuaternario (incluyendo sal de amonio cuaternario modificada con flúor), alquilamida, sustancia individual o compuestos de fósforo, sustancia individual o compuestos de wolframio, agentes activos a base de flúor, sales de metal salicílicas, y sales de metal de derivados de ácido salicílico. Estos se pueden usar solos o en combinación.

Para el agente de control de carga, se pueden usar productos disponibles en el mercado. Los ejemplos de los productos disponibles en el mercado incluyen BONTRON P-51 de sal de amonio cuaternario, BONTRON E-82 de complejo de metal a base de oxi ácido naftoico, E-84 de complejo de metal a base de ácido salicílico, y BONTRON E-89 de condensado fenólico (que es producido por ORIENT CHEMICAL); TP-302 y TP-415 de complejo de sal de amonio cuaternario - molibdeno (que es producido por HODOGAYA CHEMICAL); COPY CHARGE PSY VP2038 de sal de amonio cuaternario, COPY BLUE PR de derivado de trifenil metano, COPY CHARGE NEG VP2036 de sal de amonio cuaternario, y COPY CHARGE NX VP434 (que es producido por Hoechst AG); LRA-901, y LR-147 de complejo de boro (que es producido por NIPPON CARLIT); pigmentos de quinacridona y azo; y otros compuestos de polímero que tienen un grupo funcional tal como un grupo sulfónico, un grupo carboxilo y una sal de amonio cuaternario.

El agente de control de carga se puede amasar en fundido junto con la mezcla madre de colorante y, a continuación, disolverse o dispersarse en el disolvente orgánico, o se puede añadir directamente junto con cada uno de los componentes de tóner en el disolvente orgánico cuando la mezcla madre de colorante se disuelve o se dispersa en el disolvente orgánico, o después de que se hayan producido las partículas de base, el agente de control de carga se puede fijar sobre las superficies de las partículas de base para formar un tóner que tiene partículas de base de tóner.

El contenido de agente de control de carga en el tóner varía dependiendo del tipo de la resina aglutinante, la presencia o la ausencia de aditivos, el método de dispersión que se emplea y similares, y no se puede definir de forma inequívoca, no obstante, este es preferiblemente de 0,1 partes en masa a 10 partes en masa, y más preferiblemente de 0,2 partes en masa a 5 partes en masa por 100 partes en masa de la resina aglutinante. Cuando el contenido de agente de control de carga es de menos de 0,1 partes en masa, puede que no se obtenga la capacidad de control de carga. Cuando el contenido de agente de control de carga es de más de 10 partes en masa, el efecto del agente de control de carga se disminuye debido a la capacidad de carga excesivamente alta del tóner, y aumenta la fuerza de atracción electrostática del tóner a un rodillo de revelado usado, lo que puede dar lugar a un deterioro en cuanto a la aptitud a la fluencia del agente de revelado y un deterioro en cuanto a la densidad de imagen.

Además, cuando se produce un tóner que tiene partículas de base, otros componentes tales como partículas finas inorgánicas, un mejorador de la aptitud a la fluencia, un mejorador de la capacidad de limpieza, un material magnético y un jabón metálico se usan según se requiera.

Las partículas finas inorgánicas que se usan según se requiera cuando se produce un tóner que tiene partículas de base no están particularmente limitadas y se pueden seleccionar de forma conveniente de entre los materiales conocidos de acuerdo con el uso previsto. Los ejemplos de las mismas incluyen sílice, alúmina, óxido de titanio, titanato de bario, titanato de magnesio, titanato de calcio, titanato de estroncio, óxido de zinc, óxido de estaño, arena de sílice, arcilla, mica, wallastonita, tierra de diatomeas, óxido de cromo, óxido de cerio, colcótar, trióxido de antimonio, óxido de magnesio, óxido de zirconio, sulfato de bario, carbonato de bario, carbonato de calcio, carburo de silicio y nitruro de silicio. Estos se pueden usar solos o en combinación.

El diámetro de partícula primaria de las partículas finas inorgánicas es preferiblemente de 5 nm a 2 μm , y más preferiblemente de 5 nm a 500 nm. El área superficial específica de las partículas finas inorgánicas que se determina por medio de un método de BET es preferiblemente de 20 m^2/g a 500 m^2/g .

La cantidad de las partículas finas inorgánicas que están contenidas en el tóner es preferiblemente de un 0,01 % en masa a un 5,0 % en masa.

El mejorador de la aptitud a la fluencia que se usa según se requiera cuando se produce un tóner que tiene partículas de base es un material que se usa para un tratamiento superficial para mejorar la hidrofobia y que es capaz de evitar el deterioro en cuanto a la aptitud a la fluencia y la capacidad de carga del tóner incluso en unas condiciones de alta humedad. Los ejemplos del mismo incluyen agente de acoplamiento de silano, agente de sililación, agente de acoplamiento de silano que tiene un grupo o grupos alquilo fluorado, agente de acoplamiento de titanato orgánico, agente de acoplamiento de aluminio, aceite de silicona y aceite de silicona modificado.

El mejorador de la capacidad de limpieza que se usa según se requiera cuando se produce un tóner que tiene partículas de base se añade a las partículas de base para retirar un agente de revelado no transferido que sigue quedando en un fotoconductor y un medio de transferencia primaria después de transferirse. Los ejemplos del mismo incluyen sales de metal de ácido graso (por ejemplo, estearato de zinc, estearato de calcio y ácido esteárico); y partículas finas de polímero que se producen por medio de una polimerización de emulsificación sin jabón (por ejemplo, partículas finas de poli(metacrilato de metilo) y partículas finas de poliestireno). Las partículas finas de polímero preferiblemente tienen una distribución de tamaño de partícula relativamente estrecha, y aquellas que tienen un diámetro de partícula promedio en volumen de 0,01 μm a 1 μm son preferibles.

Además, el material magnético que se usa según se requiera cuando se produce un tóner que tiene partículas de base no está particularmente limitado y se puede seleccionar de forma conveniente de entre los materiales magnéticos conocidos de acuerdo con el uso previsto. Los ejemplos del mismo incluyen polvo de hierro, magnetita y ferrita. De entre estos, los materiales magnéticos de color blanco son preferibles en términos del tono de color.

(Agente de revelado)

El tóner que tiene partículas de base (tóner) de acuerdo con la presente invención se puede usar para un agente de revelado de un componente o un agente de revelado de dos componentes.

Cuando el tóner de la presente invención se usa para un agente de revelado de dos componentes, el tóner se puede mezclar con un vehículo magnético, y la relación en contenido del vehículo y el tóner en el agente de revelado es preferiblemente de 1 parte en masa a 10 partes en masa del tóner en relación con 100 partes en masa del vehículo.

Al igual que para el vehículo magnético, se pueden usar vehículos magnéticos convencionalmente conocidos, tales como polvo de hierro, polvo de ferrita, polvo de magnetita y vehículo de resina magnético que tienen, cada uno, un diámetro de partícula de aproximadamente 20 μm a aproximadamente 200 μm .

Los ejemplos de un material de revestimiento utilizable para revestir el vehículo magnético incluyen resinas a base de amino (por ejemplo, resina de ureaformaldehído, resina de melamina, resina de benzoguanamina, resina de urea, resina de poliamida y resina epoxídica); resinas a base de polivinilo y de polivinilideno (por ejemplo, resina acrílica, resina de poli(metacrilato de metilo), resina de poli(acrilonitrilo), resina de poli(acetato de vinilo), resina de poli(alcohol vinílico) y resina de polivinil butiral); resinas a base de poliestireno (por ejemplo, resina de poliestireno y resina de copolímero de estireno - acrilato); resinas de olefina halogenadas (por ejemplo, poli(cloruro de vinilo)); resinas a base de poliéster (por ejemplo, resina de poli(tereftalato de etileno), y resina de poli(tereftalato de butileno)); resinas a base de policarbonato, resinas de polietileno, resinas de poli(fluoruro de vinilo), resinas de poli(fluoruro de vinilideno), resinas de politrifluoroetileno, resinas de polihexafluoropropileno, copolímeros de fluoruro de vinilideno con un monómero acrílico, copolímeros de fluoruro de vinilideno con fluoruro de vinilo, fluoroterpolímeros (por ejemplo, terpolímero de tetrafluoroetileno, monómero de fluoruro de vinilideno y no de flúor); y resinas de silicona.

Según sea necesario, se puede añadir un polvo conductor etc. en la resina de revestimiento. Como el polvo conductor, se puede usar, por ejemplo, polvo de metal, negro de carbono, polvo de óxido de titanio, polvo de óxido de estaño, polvo de óxido de zinc, polvo de óxido de aluminio y un polvo de sílice. Estos polvos conductores preferiblemente tienen un diámetro de partícula promedio de 1 μm o menor. Cuando el diámetro de partícula promedio del polvo conductor es más grande que 1 μm , es difícil controlar la resistencia eléctrica del tóner.

Además, el tóner de la presente invención también se puede usar como un agente de revelado de un componente (un tóner magnético o un tóner no magnético) sin usar un vehículo.

< Método de formación de imagen >

5 Un método de formación de imagen que se usa en la presente invención incluye al menos cargar una superficie de un miembro de soporte de imagen, revelar una imagen electrostática latente que se forma sobre el miembro de soporte de imagen cargado usando un agente de revelado (un agente de revelado de un componente) que contiene el tóner o un agente de revelado (un agente de revelado de dos componentes), el tóner y un agente de revelado (un
10 componente o un agente de revelado, transferir una imagen de tóner que está formada por el miembro de soporte de imagen sobre una imagen de tóner, y fijar la imagen de tóner sobre el soporte.

15 Con el uso del método de formación de imagen, es posible formar de forma continua una imagen que da lugar a una menor aparición de una densidad de imagen con falta de uniformidad de mancha de fondo, con estabilidad y formar una imagen excelente en cuanto a su permeabilidad sobre una hoja de OHP sin dar sustancialmente lugar a una reflexión dispersada.

Ejemplos

20 En lo sucesivo en el presente caso, la presente invención se describirá adicionalmente con referencia a ejemplos y a ejemplos comparativos, no obstante, estos ejemplos no se deberán interpretar como limitantes del alcance de la presente invención. Obsérvese que la unidad "parte o partes" que se describe en lo sucesivo quiere decir "parte o partes en masa".

25 < Peso molecular de resina usada >

El peso molecular promedio en peso (M_w) y el peso molecular promedio en número (M_n) de las resinas se midieron de acuerdo con el siguiente procedimiento.

30 [Medición de peso molecular promedio en peso (M_w)]

El peso molecular promedio en masa de una resina aglutinante se midió por medio de GPC (*Gel Permeation Chromatography*, cromatografía de permeación en gel) en las siguientes condiciones:

- 35
- Dispositivo: GPC-150C (que es fabricado por Waters Instruments, Inc.)
 - Columna: KF801 a KF807 (que son fabricadas por Showdex Co.)
 - Temperatura: 40 °C
 - Disolvente: THF (tetrahidrofurano)
 - Caudal: 1,0 ml/min
- 40
- Muestra: se inyectaron 0,1 ml de una muestra que tiene una concentración de un 0,05 % a un 0,6 % en la columna.

45 Sobre la base de una distribución de peso molecular de la resina aglutinante que se mide en las condiciones anteriores, un peso molecular promedio en masa de la resina aglutinante se calculó a partir de una curva de calibración de peso molecular que se crea usando un poliestireno monodispersado que se proporciona como una muestra convencional.

[Medición de peso molecular promedio en número (M_n)]

50 El peso molecular promedio en número de la resina aglutinante se midió por medio de GPC en las siguientes condiciones:

- 55
- Dispositivo: GPC-150C (que es fabricado por Waters Instruments, Inc.)
 - Columna: KF801 a KF807 (que son fabricadas por Showdex Co.)
 - Temperatura: 40 °C
 - Disolvente: THF (tetrahidrofurano)
 - Caudal: 1,0 ml/min
 - Muestra: se inyectaron 0,1 ml de una muestra que tiene una concentración de un 0,05 % a un 0,6 %.

60 Cuando se añadió 1 g de una muestra (resina aglutinante) a 100 ml de THF, y la fracción insoluble en el disolvente fue de un 75 % en masa o más, se usó DMF (dimetilformamida) como un disolvente. El peso molecular promedio en número de la resina aglutinante se calculó a partir de una curva de calibración de peso molecular que se crea usando un poliestireno monodispersado que se proporciona como una muestra convencional.

65 < Tg de tóner >

La Tg (máximo pico endotérmico de DSC) del tóner de formación de imagen se calculó a partir de un punto tangente entre una línea tangente de una curva endotérmica cerca del punto de fusión y un valor inicial de la misma, usando un sistema de TG-DSC (TAS-100) (que es fabricado por Rigaku Corporation) y un sistema de análisis en el TAS-100.

En concreto, aproximadamente 10 mg de una muestra de tóner se colocaron en un recipiente de muestras de aluminio, el recipiente se montó en una unidad de sujeción del sistema de TG-DSC y, a continuación, se colocó en un horno eléctrico. La muestra de tóner se calentó de temperatura ambiente a 180 °C a una tasa de aumento de temperatura de 10 °C/min y, a continuación, sobre la base de la curva endotérmica obtenida, se calculó una Tg.

< Prueba de solubilidad de resina >

Una resina aglutinante (800 partes) y una resina de dispersión de colorante (200 partes) se cargaron en una MEZCLADORA HENSCHTEL (20B, que es fabricada por Mitsui Mining Co., Ltd.), se agitó a 1.500 rpm durante 1 minuto para obtener una mezcla. La mezcla se amasó a 110 °C durante 45 minutos usando un aparato de dos rodillos para obtener una mezcla de resina. La mezcla de resina se pulverizó con un mortero. El polvo que se obtuvo de este modo formó una rebanada con un microtomo (que es fabricado por Nisshin EM Co., Ltd.) y, a continuación, se observó a través de un microscopio electrónico de transmisión (H7000, que es fabricado por Hitachi High-Technologies Corporation) con una ampliación de 5.000 veces. En este momento, se examinó si se encontraban o no presentes dominios de resina, y cuando el tamaño del dominio de resina fue de 1 µm o menor, se reconoció que se disolvió la resina aglutinante.

< Método de evaluación de cristalinidad >

La cristalinidad de una resina cristalina se evaluó por medio de la densidad, y se midió por medio de un método de sustitución en agua de acuerdo con la norma JIS K7112-1999. En concreto, la resina se fundió mediante calentamiento y se vertió en una matriz (longitud: 10 cm, anchura: 10 cm, profundidad: 1 cm). A continuación, se midió el peso de la probeta, que se había enfriado, y, a continuación, se sumergió en agua para medir el volumen. Este proceso se repitió tres veces para obtener un valor promedio, y la densidad (g/cm³) de la probeta se determinó a partir de los valores promedio. Entonces, una resina que tiene una densidad de 1,25 g/cm³ o más se consideró como una resina cristalina.

(Ejemplo A1)

- Síntesis de resina de poliéster 1 -

En un recipiente de reacción que estaba equipado con un termómetro, un agitador, un condensador y un tubo de entrada de nitrógeno, se añadieron un producto de adición de PO de bisfenol A (producto de óxido de propileno siendo añadido a bisfenol A: índice de hidroxilo: 320 mgKOH/g) (443 partes), dietilenglicol (135 partes), ácido tereftálico (422 partes) y óxido de dibutil estaño (2,5 partes), se hizo reaccionar a 230 °C hasta que el índice de acidez alcanzó 7 mgKOH/g. Además, la resina (410 partes) se cargó en un recipiente de reacción que estaba equipado con un tubo de condensación, un agitador y un tubo de entrada de nitrógeno, e isoforona diisocianato (89 partes) y acetato de etilo (500 partes) se añadieron y se hizo reaccionar a 100 °C durante 5 horas para de ese modo obtener la [resina de poliéster (que se describe, en lo sucesivo en el presente caso, como "Pes1")].

- Producción de resina de poliéster cristalino 1 -

[Pes1] (10 partes) se añadió a acetato de etilo (90 partes) con el fin de tener una concentración de un 10 % en masa, y se calentó hasta 60 °C en un baño de agua caliente. Posteriormente, se apagó el baño de agua caliente y la mezcla se dejó reposar durante 1 día al tiempo que se enfriaba lentamente a temperatura ambiente. Un líquido turbio de color blanco que se obtuvo de este modo se secó adicionalmente durante 1 día en una cámara de aspiración para de ese modo obtener la [resina de poliéster cristalino (que se describe, en lo sucesivo en el presente caso, como Cpes 1)]. Se halló que Cpes 1 era poco soluble.

(Preparación de mezcla madre 1)

A continuación, un líquido de dispersión (la mezcla madre 1), en el que se había dispersado de manera uniforme un colorante por adelantado en una parte de [Pes1] para su uso en la formulación del tóner, se preparó de la siguiente forma.

Los materiales que se describen en la siguiente formulación de la (mezcla madre 1) se mezclaron a 1.500 rpm durante 3 minutos usando una MEZCLADORA HENSCHTEL (20B, que es fabricada por Mitsui Mining Co., Ltd.) para obtener una mezcla, y la mezcla se amasó con un aparato de dos rodillos a 110 °C durante 45 minutos, se laminó en frío y, a continuación, se pulverizó por medio de un pulverizador para obtener la [mezcla madre 1].

La [mezcla madre 1] que se preparó de este modo (50 partes) y acetato de etilo (50 partes) se cargaron junto con una perla de circonia (3 mm de diámetro, que es fabricada por NIKKATO Co. Ltd.) (300 partes) en un agitador de pintura, y se agitó durante 24 horas para de ese modo obtener la [mezcla madre 1] (a la que se puede hacer referencia como "líquido de dispersión de mezcla madre 1).

5

(Formulación de mezcla madre 1).

- Agua: 30 partes
- Pigmento de quinacridona PR122 (que es producido por DIC): 50 partes
- Pes1: 25 partes
- Cpes1: 25 partes

10

(Síntesis de emulsión de partículas finas orgánicas)

En un recipiente de reacción que estaba equipado con un agitador y un termómetro, se cargaron agua (683 partes), sal de sodio de éster de sulfato de producto de adición de ácido metacrílico - óxido de etileno (ELEMNOL RS-30, que es producido por Sanyo Chemical Industries, Ltd.) (11 partes), estireno (83 partes), ácido metacrílico (83 partes), acrilato de butilo (110 partes), y persulfato de amonio (1 parte) y, a continuación, se agitó a 400 rpm durante 15 minutos para obtener una emulsión líquida de color blanco. Entonces, la temperatura del sistema de reacción se elevó hasta 75 °C mediante calentamiento y se hizo reaccionar durante 5 horas. Además, una solución acuosa de persulfato de amonio al 1 % en masa (30 partes) se añadió al sistema de reacción y se maduró a 75 °C durante 5 horas para de ese modo obtener un líquido de dispersión acuosa de una resina a base de vinilo (un copolímero de estireno - metacrilato - acrilato de butilo - sal de sodio de éster de sulfato de producto de adición de ácido metacrílico - óxido de etileno) [líquido de dispersión de partículas finas 1].

20

El diámetro de partícula promedio del [líquido de dispersión de partículas finas 1] se midió por medio de un aparato LA-920 (dispositivo de medición de distribución de tamaño de partícula de tipo dispersión/difracción de láser, que es fabricado por HORIBA Ltd.) y se halló que era de 105 nm. Una parte del [líquido de dispersión de partículas finas 1] se secó de tal modo que las partes de resina se aislaron de la misma. Se halló que la resina tenía un peso molecular promedio en peso de 150.000.

25

(Preparación de fase acuosa)

Agua (990 partes), el [líquido de dispersión de partículas finas 1] (99 partes) y una solución acuosa al 48,5 % en masa de disulfonato de dodecildifenil éter de sodio (35 partes) (ELEMNOL MON-7, que es producido por Sanyo Chemical Industries, Ltd.) y acetato de etilo (70 partes) se mezclaron y se agitaron para de ese modo obtener una [fase acuosa 1] líquida de color blanco lechoso.

35

(Síntesis de poliéster intermedio)

En un recipiente de reacción que estaba equipado con un tubo de condensación, un agitador y un tubo de entrada de nitrógeno, se añadieron producto de adición de óxido de etileno (2 mol) de bisfenol A (682 partes), producto de adición de óxido de propileno (2 mol) de bisfenol A (81 partes), ácido tereftálico (283 partes), anhídrido trimelítico (22 partes) y óxido de dibutil estaño (2 partes), se hizo reaccionar a presión normal a 230 °C durante 8 horas y se hizo reaccionar adicionalmente a presión reducida de 10 mmHg a 15 mmHg durante 5 horas para de ese modo obtener el [poliéster intermedio 1]. Se halló que el [poliéster intermedio 1] tenía un peso molecular promedio en número de 2.100, un peso molecular promedio en peso de 9.500, una temperatura de transición vítrea (Tg) de 55 °C, un índice de acidez de 0,5 mgKOH/g, y un índice de hidroxilo de 51 mgKOH/g.

40

45

(Síntesis de prepolímero 1)

A continuación, en un recipiente de reacción que estaba equipado con un tubo de condensación, un agitador y un tubo de entrada de nitrógeno, se cargaron el [poliéster intermedio 1] (410 partes), isofozona diisocianato (89 partes), acetato de etilo (500 partes) y se hizo reaccionar a 100 °C durante 5 horas para obtener el [prepolímero 1].

50

(Síntesis de quetimina)

En un recipiente de reacción que estaba equipado con un agitador y un termómetro, se cargaron isofozona diamina (170 partes) y metiletil cetona (75 partes) y se hizo reaccionar a 50 °C durante 5 horas para obtener el [compuesto de quetimina1].

55

(Producción de fase oleosa)

En un recipiente que estaba equipado con un agitador y un termómetro, se cargaron 160 partes de [Pes1], 32 partes de cera de carnauba, y 400 partes de acetato de etilo. La temperatura del sistema de reacción se elevó hasta 80 °C con agitación y se mantuvo a 80 °C durante 5 horas y, a continuación, se enfrió hasta 30 °C a lo largo de 1 hora. A

60

65

continuación, en el recipiente, se cargaron 90 partes del mismo [líquido de dispersión de mezcla madre 1] que se usa en el ejemplo A1 y se mezcló durante 1 hora para obtener la [solución de material de tóner 1] que tiene un contenido en sólidos de un 50 % en masa.

5 La [solución de material de tóner 1] (464 partes) se transfirió a un recipiente, y el pigmento y la cera se dispersaron con un molino de perlas (ULTRA VISCOMILL que es fabricado por Aimex Co., Ltd.) en las siguientes condiciones: tasa de alimentación de líquido: 1 kg/h, velocidad circunferencial de disco: 6 m/s, perla de circonia de 0,5 mm que se cargó a un 80 % en volumen, y tres pasadas. Posteriormente, 420 partes de una solución de acetato de etilo al 50 % en masa de [Pes1] se añadieron a la [solución de material de tóner 1] y se pasaron a través del molino de perlas una
10 vez en las condiciones que se han descrito en lo que antecede, obteniendo de ese modo [Líquido de dispersión de pigmento/cera 1].

(Emulsificación a retirada de disolvente)

15 El [líquido de dispersión de pigmento/cera 1] (885 partes), 115 partes del [prepolímero 1], 2,9 partes del [compuesto de quetimina1] se cargaron en un recipiente, se mezcló a 5.000 rpm durante 1 minuto usando un homogeneizador TK (que es fabricado por Tokushu Kikai Kogyo Co. Ltd.) y, a continuación, 1, 200 partes de la [fase acuosa 1] se añadieron al recipiente y se mezcló a 12.500 rpm durante 30 minutos usando el homogeneizador TK para obtener la
20 [pasta en emulsión 1].

En un recipiente que estaba equipado con un agitador y un termómetro, se cargó la [pasta en emulsión 1], el disolvente se retiró a 35 °C durante 7 horas y, a continuación, se maduró a 45 °C durante 4 horas para obtener la [pasta de dispersión 1]. Una muestra se transfirió al homogeneizador TK en un cierto punto intermedio en la retirada de disolvente y se agitó a 12.500 rpm durante 40 minutos de tal modo que el tóner tuviera una forma irregular.

25 (Lavado a secado)

Después de que se filtraran a presión reducida 100 partes de la [pasta de dispersión 1],

30 (1): 100 partes de agua de intercambio iónico se añadieron a la torta de filtración resultante y se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos usando un homogeneizador TK, seguido por un tratamiento de filtración.
(2): A la torta de filtración que se preparó en (1), se añadieron 100 partes de una solución acuosa de hidróxido de sodio al 10 % en masa, se mezcló a 12.000 rpm durante 30 minutos usando un homogeneizador TK y se filtró a presión reducida.
35 (3): A la torta de filtración que se preparó en (2), se añadieron 100 partes de un ácido clorhídrico al 10 % en masa, se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos usando un homogeneizador TK y, a continuación, se filtró.
(4): A la torta de filtración que se preparó en (3), se añadieron 300 partes de agua de intercambio iónico, se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos usando un homogeneizador TK y, a continuación, se filtró. Este
40 tratamiento se repitió dos veces, obteniendo de ese modo la [torta de filtración 1].

(Producción de base de tóner)

La [torta de filtración 1] se secó con un secador de aire circulante a 45 °C durante 48 horas y se tamizó con una malla con unas aberturas de 75 µm. Además, se usaron en 100 partes de las partículas resultantes, 0,6 partes de un agente de control de carga (E-84, sal de metal de salicilato, que es producida por Orient Chemical Industries Ltd.) y se mezcló a 1.000 rpm usando una MEZCLADORA HENSCHHEL, y se mezcló adicionalmente a 5.500 rpm usando una mezcladora de tipo Q (que es fabricada por Mitsui Metal Mining Co., Ltd.) con el fin de hacer que el agente de control de carga se adhiriera a la superficie del tóner, obteniendo de ese modo la [base de tóner 1].

50 (Adición de aditivo externo)

A continuación, a 100 partes de la [base de tóner 1], se añadieron 0,7 partes de un óxido de titanio hidrófobo y se mezcló con una MEZCLADORA HENSCHHEL (que es fabricada por Hosokawa Micron K. K.) para obtener el [tóner polimerizado 1] y se completó la producción de tóner.

55 (Ejemplo A2)

(Producción de Cpes2)

60 [Cpes2] se produjo de la misma forma que en el ejemplo A1, excepto por que en las condiciones de producción para [Cpes1], la concentración de resina se cambió de un 10 % en masa a un 1 % en masa. Se halló que Cpes2 era poco soluble.

(Producción de tóner polimerizado 2)

65

Se obtuvo un tóner de la misma forma que en el ejemplo A1, excepto por que se usó la [mezcla madre 2], a la que se había añadido [Cpes2] en lugar de [Cpes1] de la [mezcla madre 1], obteniendo de ese modo el [tóner polimerizado 2].

5 (Ejemplo A3)

(Producción de Cpes3)

10 [Cpes3] se produjo de la misma forma que en el ejemplo A1, excepto por que en las condiciones de producción para [Cpes1], la concentración de resina se cambió de un 10 % en masa a un 0,1 % en masa. Se halló que Cpes3 era poco soluble.

(Producción de tóner polimerizado 3)

15 Se obtuvo un tóner de la misma forma que en el ejemplo A1, excepto por que se usó la [mezcla madre 3], a la que se había añadido [Cpes2] en lugar de [Cpes1] de la [mezcla madre 1], obteniendo de ese modo el [tóner polimerizado 3].

20 (Ejemplo A4)

(Síntesis de Pes2)

25 En un recipiente de reacción que estaba equipado con un termómetro, un agitador, un condensador y un tubo de entrada de nitrógeno, se añadieron un producto de adición de PO de bisfenol A (producto de óxido de propileno siendo añadido a bisfenol A: índice de hidroxilo: 320 mgKOH/g) (443 partes), dietilen glicol (135 partes), ácido tereftálico (422 partes) y óxido de dibutil estaño (2,5 partes), se hizo reaccionar a 230 °C hasta que el índice de acidez alcanzó 7 mgKOH/g. Además, la resina (410 partes) se cargó en un recipiente de reacción que estaba equipado con un tubo de condensación, un agitador y un tubo de entrada de nitrógeno, e isoforona diisocianato (44 partes) y acetato de etilo (500 partes) se añadieron y se hizo reaccionar a 100 °C durante 5 horas para de ese modo obtener [Pes2].

30 (Producción de tóner polimerizado 4)

35 Se obtuvo un tóner de la misma forma que en el ejemplo A1, excepto por que [Pes2] se usó en lugar de [Pes1] que se usa en la producción de una fase oleosa, obteniendo de ese modo el [tóner polimerizado 4].

(Ejemplo A5)

40 Se obtuvo un tóner de la misma forma que en el ejemplo A2, excepto por que [Pes2] se usó en lugar de [Pes1] que se usa en la producción de una fase oleosa, obteniendo de ese modo el [tóner polimerizado 5].

(Ejemplo A6)

45 Se obtuvo un tóner de la misma forma que en el ejemplo A3, excepto por que [Pes2] se usó en lugar de [Pes1] que se usa en la producción de una fase oleosa, obteniendo de ese modo el [tóner polimerizado 6].

(Ejemplo A7)

(Síntesis de Pes3)

50 En un recipiente de reacción que estaba equipado con un termómetro, un agitador, un condensador y un tubo de entrada de nitrógeno, se añadieron un producto de adición de PO de bisfenol A (producto de óxido de propileno siendo añadido a bisfenol A: índice de hidroxilo: 320 mgKOH/g) (443 partes), dietilen glicol (135 partes), ácido tereftálico (422 partes) y óxido de dibutil estaño (2,5 partes), se hizo reaccionar a 230 °C hasta que el índice de acidez alcanzó 7 mgKOH/g. Además, la resina (410 partes) se cargó en un recipiente de reacción que estaba equipado con un tubo de condensación, un agitador y un tubo de entrada de nitrógeno, e isoforona diisocianato (22 partes) y acetato de etilo (500 partes) se añadieron y se hizo reaccionar a 100 °C durante 5 horas para de ese modo obtener [Pes3].

60 (Producción de tóner polimerizado 7)

Se obtuvo un tóner de la misma forma que en el ejemplo A2, excepto por que [Pes3] se usó en lugar de [Pes1] que se usa en la producción de una fase oleosa, obteniendo de ese modo el [tóner polimerizado 7].

65 (Ejemplo A8)

Se obtuvo un tóner de la misma forma que en el ejemplo A3, excepto por que [Pes3] se usó en lugar de [Pes1] que se usa en la producción de una fase oleosa, obteniendo de ese modo el [tóner polimerizado 8].

(Ejemplo A9)

5 Se repitió el procedimiento del ejemplo A1, excepto por que solo 1.000 partes del [líquido de dispersión de pigmento/cera 1] se vertieron en un recipiente de reacción sin usar el [prepolímero 1] y el [compuesto de quetimina1], se mezcló a 5.000 rpm durante 1 minuto usando un homogeneizador TK (que es fabricado por Tokushu Kikai Kogyo Co. Ltd.) y, a continuación, 1.200 partes de la [fase acuosa 1] se añadieron al recipiente, se mezcló a 10 15.000 rpm durante 30 minutos para obtener la [pasta en emulsión 2]. Posteriormente, el [tóner polimerizado 9] se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo A1.

(Ejemplo comparativo A1)

15 Se obtuvo un tóner de la misma forma que en el ejemplo A1, excepto por que se usó la [mezcla madre 4] que usa [Pes1] en lugar de [Cpes1] de la [mezcla madre 1], obteniendo de ese modo el [tóner polimerizado 10].

(Ejemplo comparativo A2)

20 Se obtuvo un tóner de la misma forma que en el ejemplo A1, excepto por que se usó la [mezcla madre 5] que usa [Pes2] en lugar de [Cpes1] de la [mezcla madre 1], obteniendo de ese modo el [tóner polimerizado 11].

(Ejemplo comparativo A3)

25 Se obtuvo un tóner de la misma forma que en el ejemplo A1, excepto por que se usó la [mezcla madre 6] que usa [Pes3] en lugar de [Cpes1] de la [mezcla madre 1], obteniendo de ese modo el [tóner polimerizado 12].

(Ejemplo comparativo A4)

30 Se obtuvo un tóner de la misma forma que en el ejemplo A1, excepto por que [Pes1] se usó en lugar de [Cpes1] de la [mezcla madre 1], y [Cpes1] se usó en lugar de [Pes1] que se usa en la producción de una fase oleosa, obteniendo de ese modo el [tóner polimerizado 13].

(Ejemplo comparativo A5)

35 Se obtuvo un tóner de la misma forma que en el ejemplo A2, excepto por que [Cpes2] se usó en lugar de [Pes1] que se usa en la producción de una fase oleosa, y [Pes1] se usó en lugar de [Cpes2] del [líquido de dispersión de mezcla madre 2], obteniendo de ese modo el [tóner polimerizado 14]. No obstante, fue imposible granular el tóner.

40 Las formulaciones de las mezclas madre y los tóneres que se usan en los ejemplos se muestran en la Tabla 1. Las formulaciones de las mezclas madre y los tóneres que se usan en los ejemplos comparativos se muestran en la Tabla 2.

Tabla 1

	Ej. A1 (Tóner 1)		Ej. A2 (Tóner 2)		Ej. A3 (Tóner 3)	
	Líquido de dispersión de MB	Fase oleosa	Líquido de dispersión de MB	Fase oleosa	Líquido de dispersión de MB	Fase oleosa
Resina aglutinante	Pes1	Pes1	Pes1	Pes1	Pes1	Pes1
Pigmento	PR122		PR122		PR122	
Resina cristalina	Cpes1		Cpes2		Cpes3	
	Ej. A4 (Tóner 4)		Ej. A5 (Tóner 5)		Ej. A6 (Tóner 6)	
	Líquido de dispersión de MB	Fase oleosa	Líquido de dispersión de MB	Fase oleosa	Líquido de dispersión de MB	Fase oleosa
Resina aglutinante	Pes1	Pes2	Pes1	Pes2	Pes1	Pes2
Pigmento	PR122		PR122		PR122	
Resina cristalina	Cpes1		Cpes2		Cpes3	

45

	Ej. A7 (Tóner 7)		Ej. A8 (Tóner 8)		Ej. A9 (Tóner 9)	
	Líquido de dispersión de MB	Fase oleosa	Líquido de dispersión de MB	Fase oleosa	Líquido de dispersión de MB	Fase oleosa
Resina aglutinante	Pes1	Pes3	Pes1	Pes3	Pes1	Pes1
Pigmento	PR122		PR122		PR122	
Resina cristalina	Cpes2		Cpes3		Cpes1	

Tabla 2

	Ej. Comp. A1 (Tóner 10)		Ej. Comp. A2 (Tóner 11)		Ej. Comp. A3 (Tóner 12)	
	Líquido de dispersión de MB	Fase oleosa	Líquido de dispersión de MB	Fase oleosa	Líquido de dispersión de MB	Fase oleosa
Resina aglutinante	Pes1	Pes1	Pes1	Pes1	Pes1	Pes1
Pigmento	PR122		PR122		PR122	
Resina cristalina	Pes1		Pes2		Pes3	
	Ej. Comp. A4 (Tóner 13)		Ej. Comp. A5 (Tóner 14)			
	Líquido de dispersión de MB	Fase oleosa	Líquido de dispersión de MB	Fase oleosa		
Resina aglutinante	Pes1	Pes1	Pes1	Cpes2		
Pigmento	PR122		PR122			
Resina cristalina	Pes1		Cpes2			

5 Además, también se produjeron mezclas madre de colorante usando materiales de resina para la dispersión de pigmento (resina de dispersión de colorante).

10 En la tabla 3 se muestran unos valores de propiedades físicas de cada resina que se usa en los prototipos que se han descrito en lo que antecede, incluyendo la composición de cada resina de dispersión de colorante. Se examinó la solubilidad de amasado de cada una de las resinas, y la compatibilidad entre la resina aglutinante y la resina de dispersión de colorante se verificó en las combinaciones de las resinas que se usan en la totalidad de los ejemplos.

Tabla 3

	Tg °C	Peso molecular promedio en peso Mw	Ácido divalente o polibásico superior, ácido aromático Cantidad(% en masa)	Alcohol dihidrico o polihidrico más alto (a base de Bis A) Cantidad (% en masa)	Producto epoxilado Cantidad (% en masa)	Producto modificado Cantidad (% en masa)	Tipo de modificación	Cristalinidad		Solubilidad en acetato de etilo
								Densidad (g/cm ³)		
Pes1	64	9.000	de 30 a 40	de 50 a 65	0	0	-	1,183		soluble
Pes2	61	8.000	de 30 a 40	de 50 a 65	0	0	-	1,209		soluble
Pes3	72	10.000	de 30 a 40	de 50 a 65	0	0	-	1,274		soluble
CPes1	70	9.000	de 30 a 40	de 50 a 65	0	0	-	1,261		poco soluble
CPes2	78	9.000	de 30 a 40	de 50 a 65	0	0	-	1,402		poco soluble
CPes3	69	9.000	de 30 a 40	de 50 a 65	0	0	-	1,430		poco soluble
Poliéster A	68	46.000	de 30 a 40	de 50 a 65	de 1 a 10	de 0,1 a 3	De base aromática	1,281		poco soluble
Poliéster B	66	46.000	de 30 a 40	de 50 a 65	de 1 a 10	de 0,1 a 3	De base alifática	1,251		poco soluble
Poliéster C	65	25.000	de 30 a 40	de 50 a 65	de 1 a 10	de 0,1 a 3	De base aromática	1,253		poco soluble
Poliéster D	64	25.000	de 30 a 40	de 50 a 65	de 1 a 10	de 0,1 a 3	De base alifática	1,257		poco soluble
Poliéster E	60	15.000	de 30 a 40	de 50 a 65	de 1 a 10	de 0,1 a 3	De base alifática	1,257		poco soluble
Poliéster F	59	10.000	de 30 a 40	de 50 a 65	de 1 a 10	de 0,1 a 3	De base alifática	1,254		poco soluble
Poliéster G	56	5.000	de 30 a 40	de 50 a 65	de 1 a 10	de 0,1 a 3	De base alifática	1,255		poco soluble
Poliéster H	64	25.000	de 30 a 40	de 70 a 80	de 1 a 10	0	-	1,234		soluble
Poliéster I	52	36.000	de 30 a 40	de 50 a 65	de 1 a 10	de 1 a 10	Estireno	1,199		soluble

[Preparación de mezcla madre de colorante (MB)]

[Mezcla madre de color amarillo A]

5 Agua (100 partes), PY185 (D1155, que es producido por BASF) (200 partes) y el poliéster A (800 partes) se mezclaron y se agitaron. La mezcla se amasó con un aparato de dos rodillos a 150 °C durante 10 minutos, se amasó adicionalmente a 100 °C durante 20 minutos, se laminó en frío y, a continuación, se pulverizó por medio de un pulverizador (que es fabricado por (que es fabricado por Hosokawa Micron K. K.) para preparar la mezcla madre de color amarillo A.

10

[Mezcla madre de color amarillo B]

La mezcla madre de color amarillo B se preparó de la misma forma que en la mezcla madre de color amarillo A, excepto por que el poliéster A que contiene una estructura parcial de éter se cambió por el poliéster B que contiene una estructura parcial de éter.

15

[Mezcla madre de color amarillo C]

20 Agua (100 partes), PY185 (D1155, que es producido por BASF) (200 partes), PY74 (Amarillo Hansa 5GXT, que es producido por Clariant Japan K. K.) (200 partes) y el poliéster C (600 partes) se mezclaron y se agitaron. La mezcla se amasó con un aparato de dos rodillos a 150 °C durante 10 minutos, se amasó adicionalmente a 100 °C durante 20 minutos, se laminó en frío y, a continuación, se pulverizó por medio de un pulverizador (que es fabricado por Hosokawa Micron K. K.) para preparar la mezcla madre de color amarillo C.

25

[Mezcla madre de color amarillo D]

La mezcla madre de color amarillo D se preparó de la misma forma que en la mezcla madre de color amarillo C, excepto por que el poliéster C que contiene una estructura parcial de éter se cambió por el poliéster D que contiene una estructura parcial de éter.

30

[Mezcla madre de color amarillo E]

La mezcla madre de color amarillo E se preparó de la misma forma que en la mezcla madre de color amarillo C, excepto por que el poliéster C que contiene una estructura parcial de éter se cambió por el poliéster E que contiene una estructura parcial de éter.

35

[Mezcla madre de color amarillo F]

La mezcla madre de color amarillo F se preparó de la misma forma que en la mezcla madre de color amarillo C, excepto por que el poliéster C que contiene una estructura parcial de éter se cambió por el poliéster F que contiene una estructura parcial de éter.

40

[Mezcla madre de color amarillo G]

45 La mezcla madre de color amarillo G se preparó de la misma forma que en la mezcla madre de color amarillo C, excepto por que el poliéster C que contiene una estructura parcial de éter se cambió por el poliéster G que contiene una estructura parcial de éter.

50

[Mezcla madre de color amarillo H]

La mezcla madre de color amarillo H se preparó de la misma forma que en la mezcla madre de color amarillo C, excepto por que el poliéster C que contiene una estructura parcial de éter se cambió por el poliéster H que contiene una estructura parcial de éter.

55

[Mezcla madre de color amarillo I]

La mezcla madre de color amarillo I se preparó de la misma forma que en la mezcla madre de color amarillo C, excepto por que el poliéster C que contiene una estructura parcial de éter se cambió por el poliéster I que contiene una estructura parcial de éter.

60

[Mezcla madre de color amarillo J]

La mezcla madre de color amarillo J se preparó de la misma forma que en la mezcla madre de color amarillo C, excepto por que el poliéster C que contiene una estructura parcial de éter se cambió por el poliéster J que contiene una estructura parcial de éter.

65

[Mezcla madre de color magenta A]

5 Agua (100 partes), PR122 (Rojo Fastgen RTS, que es producido por DIC) (200 partes) y el poliéster A (800 partes) se mezclaron y se agitaron. La mezcla se amasó con un aparato de dos rodillos a 150 °C durante 10 minutos, se amasó adicionalmente a 100 °C durante 20 minutos, se laminó en frío y, a continuación, se pulverizó por medio de un pulverizador (que es fabricado por (que es fabricado por Hosokawa Micron K. K.) para preparar la mezcla madre de color magenta A.

10 [Mezcla madre de color magenta B]

La mezcla madre de color magenta B se preparó de la misma forma que en la mezcla madre de color magenta A, excepto por que el poliéster A que contiene una estructura parcial de éter se cambió por el poliéster B que contiene una estructura parcial de éter.

15 [Mezcla madre de color magenta C]

20 Agua (100 partes), PR122 (Rojo Fastgen RTS, que es producido por DIC) (200 partes), PR122 (1022KB, que es producido por DIC) (200 partes) y el poliéster C (600 partes) se mezclaron y se agitaron. La mezcla se amasó con un aparato de dos rodillos a 150 °C durante 10 minutos, se amasó adicionalmente a 100 °C durante 20 minutos, se laminó en frío y, a continuación, se pulverizó por medio de un pulverizador (que es fabricado por (que es fabricado por Hosokawa Micron K. K.) para preparar la mezcla madre de color magenta C.

[Mezcla madre de color magenta D]

25 La mezcla madre de color magenta D se preparó de la misma forma que en la mezcla madre de color magenta C, excepto por que el poliéster C que contiene una estructura parcial de éter se cambió por el poliéster D que contiene una estructura parcial de éter.

30 [Mezcla madre de color magenta E]

La mezcla madre de color magenta E se preparó de la misma forma que en la mezcla madre de color magenta C, excepto por que el poliéster C que contiene una estructura parcial de éter se cambió por el poliéster E que contiene una estructura parcial de éter.

35 [Mezcla madre de color magenta F]

La mezcla madre de color magenta F se preparó de la misma forma que en la mezcla madre de color magenta C, excepto por que el poliéster C que contiene una estructura parcial de éter se cambió por el poliéster F que contiene una estructura parcial de éter.

40

[Mezcla madre de color magenta G]

45 La mezcla madre de color magenta G se preparó de la misma forma que en la mezcla madre de color magenta C, excepto por que el poliéster C que contiene una estructura parcial de éter se cambió por el poliéster G que contiene una estructura parcial de éter.

[Mezcla madre de color magenta H]

50 La mezcla madre de color magenta H se preparó de la misma forma que en la mezcla madre de color magenta C, excepto por que el poliéster C que contiene una estructura parcial de éter se cambió por el poliéster H que contiene una estructura parcial de éter.

[Mezcla madre de color magenta I]

55 La mezcla madre de color magenta I se preparó de la misma forma que en la mezcla madre de color magenta C, excepto por que el poliéster C que contiene una estructura parcial de éter se cambió por el poliéster I que contiene una estructura parcial de éter.

[Mezcla madre de color magenta J]

60

La mezcla madre de color magenta J se preparó de la misma forma que en la mezcla madre de color magenta C, excepto por que el poliéster C que contiene una estructura parcial de éter se cambió por el poliéster J que contiene una estructura parcial de éter.

[Mezcla madre de color magenta CA]

La mezcla madre de color magenta cristalina CA se preparó de la misma forma que en la mezcla madre de color magenta A, excepto por que se usó CPesA que tiene una estructura cristalina en lugar del poliéster A.

[Mezcla madre de color magenta CB]

La mezcla madre de color magenta cristalina CB se preparó de la misma forma que en la mezcla madre de color magenta A, excepto por que se usó CPesB que tiene una estructura cristalina en lugar del poliéster B.

[Preparación de líquido de dispersión de cera]

A continuación, se preparó un líquido de dispersión que tiene la siguiente composición a la que se añadieron una resina como una resina aglutinante y una cera.

El poliéster no modificado que se menciona en lo sucesivo que sirve como una resina aglutinante (100 partes), cera de parafina (HPE-11) (90 partes) y una cera de parafina que se modifica con ácido maleico (P-166) (10 partes) se añadieron a y se dispersaron en acetato de etilo (400 partes) y se agitó durante 10 minutos usando una mezcladora que tiene cuchillas de agitación, de la misma forma que en la preparación del líquido de dispersión de colorante, y se dispersaron adicionalmente durante 8 horas usando un molino de tipo DYNO.

[Preparación de composición de tóner]

(Ejemplos B1 a B16), (ejemplos comparativos B1 a B6)

[Composición de tóner YA, composición de tóner YB]

Al igual que para los líquidos de composición de tóner que usan la mezcla madre de color amarillo A o la mezcla madre de color amarillo B, cada mezcla madre de color amarillo (35 partes), líquido de dispersión de cera (30 partes), una resina de poliéster no modificado (tipo soluble, Tg 62 °C, AV 10,0, Mw 40.000, que es producida por DIC) (62 partes) se cargaron en acetato de etilo (100 partes), se disolvieron o se dispersaron usando una mezcladora que tiene cuchillas de agitación y, a continuación, una solución de material se preparó con un molino de perlas (ULTRA VISCOMILL que es fabricado por Aimex Co., Ltd.) en las siguientes condiciones: tasa de alimentación de líquido: 1 kg/h, velocidad circunferencial de disco: 6 m/s, perla de circonia de 0,5 mm que se cargó a un 80 % en volumen, y tres pasadas. El contenido en sólidos de la solución o el líquido de dispersión de los materiales de tóner se ajustó a un 50 % en masa en consideración de la productividad, y se preparó cada composición de tóner (composición de tóner YA, composición de tóner YB).

[Composición de tóner YC a composición de tóner YJ]

Al igual que para los líquidos de composición de tóner que usan cada una de la mezcla madre de color amarillo C a la mezcla madre de color amarillo J, cada mezcla madre de color amarillo (17,5 partes), líquido de dispersión de cera (30 partes), una resina de poliéster no modificado (tipo soluble, Tg 62 °C, AV 10,0, Mw 40.000, que es producida por DIC) (79,5 partes) se cargaron en acetato de etilo (100 partes), se disolvieron o se dispersaron usando una mezcladora que tiene cuchillas de agitación y, a continuación, una solución de material se preparó con un molino de perlas (ULTRA VISCOMILL que es fabricado por Aimex Co., Ltd.) en las siguientes condiciones: tasa de alimentación de líquido: 1 kg/h, velocidad circunferencial de disco: 6 m/s, perla de circonia de 0,5 mm que se cargó a un 80 % en volumen, y tres pasadas. El contenido en sólidos de la solución o el líquido de dispersión de los materiales de tóner se ajustó a un 50 % en masa en consideración de la productividad, y se preparó cada composición de tóner (composición de tóner YC a composición de tóner YJ).

[Composición de tóner MA, composición de tóner MB]

Al igual que para los líquidos de composición de tóner que usan la mezcla madre de color magenta A o la mezcla madre de color magenta B, cada mezcla madre de color magenta (50 partes), líquido de dispersión de cera (30 partes), una resina de poliéster no modificado (tipo soluble, Tg 62 °C, AV 10,0, Mw 40.000, que es producida por DIC) (59 partes) se cargaron en acetato de etilo (100 partes), se disolvieron o se dispersaron usando una mezcladora que tiene cuchillas de agitación y, a continuación, una solución de material se preparó con un molino de perlas (ULTRA VISCOMILL que es fabricado por Aimex Co., Ltd.) en las siguientes condiciones: tasa de alimentación de líquido: 1 kg/h, velocidad circunferencial de disco: 6 m/s, perla de circonia de 0,5 mm que se cargó a un 80 % en volumen, y tres pasadas. El contenido en sólidos de la solución o el líquido de dispersión de los materiales de tóner se ajustó a un 50 % en masa en consideración de la productividad, y se preparó cada composición de tóner (composición de tóner MA, composición de tóner MB).

[Composición de tóner MC a composición de tóner MJ]

Al igual que para los líquidos de composición de tóner que usan cada una de la mezcla madre de color magenta C a la mezcla madre de color magenta J, cada mezcla madre de color magenta (17,5 partes), líquido de dispersión de cera (30 partes), una resina de poliéster no modificado (tipo soluble, Tg 62 °C, AV 10,0, Mn 5.800, Mw 40.000, que es producida por DIC) (79,5 partes) se cargaron en acetato de etilo (100 partes), se disolvieron o se dispersaron usando una mezcladora que tiene cuchillas de agitación y, a continuación, una solución de material se preparó con un molino de perlas (ULTRA VISCOMILL que es fabricado por Aimex Co., Ltd.) en las siguientes condiciones: tasa de alimentación de líquido: 1 kg/h, velocidad circunferencial de disco: 6 m/s, perla de circonia de 0,5 mm que se cargó a un 80 % en volumen, y tres pasadas. El contenido en sólidos de la solución o el líquido de dispersión de los materiales de tóner se ajustó a un 50 % en masa en consideración de la productividad, y se preparó cada composición de tóner (composición de tóner MC a composición de tóner MJ).

[Composición de tóner MK]

Al igual que para un líquido de composición de tóner que usa cada mezcla madre de color magenta C, cada mezcla madre de color magenta (17,5 partes), líquido de dispersión de cera (30 partes), una resina de poliéster modificado con estireno (tipo soluble, Tg: 52 °C, AV: 16,5, Mw 89.000, que es producida por KAO Corporation) (79,5 partes) se cargaron en acetato de etilo (100 partes), se disolvieron o se dispersaron usando una mezcladora que tiene cuchillas de agitación y, a continuación, una solución de material se preparó con un molino de perlas (ULTRA VISCOMILL que es fabricado por Aimex Co., Ltd.) en las siguientes condiciones: tasa de alimentación de líquido: 1 kg/h, velocidad circunferencial de disco: 6 m/s, perla de circonia de 0,5 mm que se cargó a un 80 % en volumen, y tres pasadas. El contenido en sólidos de la solución o el líquido de dispersión de los materiales de tóner se ajustó a un 50 % en masa en consideración de la productividad, y se preparó la composición de tóner Mk (composición de tóner MK).

[Composición de tóner ML]

La composición de tóner ML se preparó de la misma forma que en la composición MK, excepto por que la resina de poliéster modificado (tipo soluble, Tg 52 °C, AV 16,5, Mw 89.000, que es producida por KAO Corporation) que se usa en la composición de tóner MK se cambió por un poliéster modificado con olefina (tipo soluble, Tg 52 °C, AV 18,0, Mw 89.000, que es producido por Mitsubishi Rayon Co., Ltd).

[Preparación de partícula fina de resina]

En un recipiente de reacción que estaba equipado con un agitador y un termómetro, se cargaron agua (683 partes), sal de sodio de éster de sulfato de producto de adición de ácido metacrílico - óxido de etileno (ELEMNOL RS-30, que es producido por Sanyo Chemical Industries, Ltd.) (11 partes), estireno (79 partes), ácido metacrílico (79 partes), acrilato de butilo (105 partes), divinilbenceno (13 partes) y persulfato de amonio (1 parte) y, a continuación, se agitó a 400 rpm durante 15 minutos para obtener una emulsión líquida de color blanco. Entonces, la temperatura del sistema de reacción se elevó hasta 75 °C mediante calentamiento y se hizo reaccionar durante 5 horas. Además, una solución acuosa de persulfato de amonio al 1 % en masa (30 partes) se añadió al sistema de reacción y se maduró a 75 °C durante 5 horas para de ese modo obtener un líquido de dispersión acuosa de una resina a base de vinilo (un copolímero de estireno - metacrilato - acrilato de butilo - sal de sodio de éster de sulfato de producto de adición de ácido metacrílico - óxido de etileno) [líquido de dispersión de partículas finas].

El diámetro de partícula promedio del [líquido de dispersión de partículas finas] que se obtuvo de este modo se midió por medio de un aparato LA-920 (dispositivo de medición de distribución de tamaño de partícula de tipo dispersión/difracción de láser, que es fabricado por HORIBA Ltd.) y se halló que era de 105 nm. Una parte del [líquido de dispersión de partículas finas 1] se secó de tal modo que las partes de resina se aislaron de la misma. Se halló que la resina tenía una temperatura de transición vítrea (Tg) de 95 °C, un peso molecular promedio en número de 140.000 y un peso molecular promedio en peso de 980.000.

[Preparación de fase de medio acuoso]

Agua de intercambio iónico (306 partes), el líquido de dispersión de partículas finas de resina (60 partes), y dodecibenceno sulfonato de sodio (4 partes) se mezclaron y se agitaron con el fin de disolverse de manera uniforme para preparar una fase de medio acuoso (medio acuoso).

[Preparación de emulsión o líquido de dispersión]

El medio acuoso (200 partes) se vertió en un recipiente, se agitó a 8.500 rpm con un homogeneizador TK (que es fabricado por Tokushu Kikai Kogyo Co. Ltd.), se añadió al mismo una composición de tóner (100 partes) que se preparó en lo que antecede, y se mezcló durante 10 minutos para preparar de ese modo una emulsión o un líquido de dispersión (emulsión/líquido de dispersión: pasta en emulsión).

< Retirada de disolvente orgánico >

En un matraz que estaba equipado con un agitador y un termómetro, se cargó la pasta en emulsión (100 partes) que se preparó en lo que antecede, y el disolvente se retiró de la misma a 30 °C durante 12 horas al tiempo que se agitaba a una velocidad circunferencial de agitación de 20 m/min.

< Lavado y secado >

Después de que 100 partes de la pasta de dispersión se hayan filtrado a presión reducida, 100 partes de agua de intercambio iónico se añadieron a la torta de filtración resultante y se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos usando un homogeneizador TK (que es fabricado por Tokushu Kikai Kogyo Co. Ltd.), seguido por un tratamiento de filtración. En la torta de filtración que se obtuvo de este modo, se añadieron 300 partes de agua de intercambio iónico, y se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos, seguido por un tratamiento de filtración. Este tratamiento se repitió dos veces. Una solución acuosa de hidróxido de sodio al 10 % en masa (20 partes) se añadió a la torta de filtración, se mezcló a 12.000 rpm durante 30 minutos usando un homogeneizador TK y, a continuación, se filtró a presión reducida.

A la torta de filtración que se preparó como en lo que antecede, se añadieron 300 partes de agua de intercambio iónico, y se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos usando un homogeneizador TK, seguido por un tratamiento de filtración. A la torta de filtración que se obtuvo de este modo, se añadieron 300 partes de agua de intercambio iónico, y se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos usando un homogeneizador TK, seguido por un tratamiento de filtración. El proceso anterior se repitió dos veces. Además, a la torta de filtración que se preparó, se añadieron 20 partes de un ácido clorhídrico al 10 % en masa, y se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos usando un homogeneizador TK y, a continuación, se filtró. A la torta de filtración que se preparó de este modo se añadieron 300 partes de agua de intercambio iónico, y se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos usando un homogeneizador TK, seguido por un tratamiento de filtración. Este tratamiento se repitió dos veces y, de ese modo, se obtuvo una torta de filtración final.

La torta de filtración final que se obtuvo de este modo se secó con un secador de aire circulante a 45 °C durante 48 horas y se tamizó con una malla con unas aberturas de 75 µm para de ese modo obtener unas partículas de base de tóner (Bases de tóner de color amarillo YA a YJ, Bases de tóner de color magenta MA a ML).

Más en concreto, las partículas de base de tóner que se han producido en lo que antecede se corresponden con cada uno de los siguientes ejemplos y ejemplos comparativos.

(Ejemplo B1: Base de tóner de color amarillo YA), (ejemplo B2: Base de tóner de color amarillo YB), (ejemplo B3: Base de tóner de color amarillo YC), (ejemplo B4: Base de tóner de color amarillo YD), (ejemplo B5: Base de tóner de color amarillo YE), (ejemplo B6: Base de tóner de color amarillo YF), (ejemplo B7: Base de tóner de color amarillo YG), (ejemplo comparativo B1: Base de tóner de color amarillo YH), (ejemplo comparativo B2: Base de tóner de color amarillo YI), (ejemplo B8: Base de tóner de color magenta MA), (ejemplo B9: Base de tóner de color magenta MB), (ejemplo B10: Base de tóner de color magenta MC), (ejemplo B11: Base de tóner de color magenta MD), (ejemplo B12: Base de tóner de color magenta ME), (ejemplo B13: Base de tóner de color magenta MF), (ejemplo B14: Base de tóner de color magenta MG), (ejemplo comparativo B4: Base de tóner de color magenta MH), (ejemplo comparativo B5: Base de tóner de color magenta MI), (ejemplo B15: Base de tóner de color magenta MK) y (ejemplo B16: Base de tóner de color magenta ML)

(Ejemplo B17: Base de tóner de color amarillo YE2)

< Síntesis de Poliéster modificado con urea >

En un recipiente de reacción que estaba equipado con un termómetro, un agitador, un condensador y un tubo de entrada de nitrógeno, se añadieron producto de adición de bisfenol A - óxido de etileno (2 mol) (682 partes), producto de adición de bisfenol A - óxido de propileno (2 mol) (81 partes), ácido tereftálico (283 partes), anhídrido trimelítico (22 partes) y óxido de dibutil estaño (2 partes), y se hizo reaccionar a 230 °C durante 8 horas. A continuación, el producto de reacción se hizo reaccionar adicionalmente a presión reducida de 10 mmHg a 15 mmHg durante 5 horas para de ese modo sintetizar un poliéster intermedio.

Se halló que el poliéster intermedio que se obtuvo de este modo tenía un peso molecular promedio en número (Mn) de 2.100, un peso molecular promedio en masa de 9.600, una temperatura de transición vítrea (Tg) de 55 °C, un índice de acidez de 0,5 mgKOH/g y un índice de hidroxilo de 49 mg KOH/g.

A continuación, en un recipiente de reacción que estaba equipado con un termómetro, un agitador, un condensador y un tubo de entrada de nitrógeno, se cargaron el poliéster intermedio (411 partes), isoforona diisocianato (89 partes) y acetato de etilo (500 partes) y se hizo reaccionar a 100 °C durante 5 horas para de ese modo sintetizar un poliéster modificado con urea (un polímero que tiene un grupo funcional reactivo con el grupo hidrógeno activo).

El poliéster modificado con urea que se obtuvo de este modo tiene un contenido libre de isocianato de un 1,60 % en masa, y el contenido en sólidos del poliéster modificado con urea (después de dejar reposar a 150 °C durante 45 minutos) fue de un 50 % en masa.

5 < Síntesis de quetimina (compuesto que contiene un hidrógeno activo que se ha descrito en lo que antecede) >

En un recipiente de reacción que estaba equipado con un agitador y un termómetro, se cargaron isoforona diamina (30 partes) y metiletil cetona (70 partes) y se hizo reaccionar a 50 °C durante 5 horas para de ese modo sintetizar un compuesto de quetimina (el compuesto que contiene un grupo hidrógeno activo).

10 Se halló que el compuesto de quetimina que se obtuvo de este modo (el compuesto que contiene un grupo hidrógeno activo) tenía un índice de amina de 423.

15 < Preparación de solución o líquido de dispersión de material de tóner >

En un vaso de precipitados, se cargaron el poliéster modificado con urea (10 partes), un poliéster no modificado (69,5 partes) (tipo soluble, SREX- 005L, que es producido por Sanyo Chemical Co., Ltd.), la mezcla madre de color amarillo E (17,5 partes), una dispersión de cera (30 partes) y acetato de etilo (100 partes), y se disolvió con agitación. Una solución de material del producto de reacción se preparó usando un molino de perlas (ULTRA VISCOMILL que es fabricado por Aimex Co., Ltd.) en las siguientes condiciones: tasa de alimentación de líquido: 1 kg/h, velocidad circunferencial de disco: 6 m/s, perla de circonia de 0,5 mm que se cargó a un 80 % en volumen, y tres pasadas. Entonces, la quetimina (2,7 partes) se añadió a la solución de material y se disolvió en la misma para preparar un líquido de composición de tóner. El contenido en sólidos de la solución o el líquido de dispersión se ajustó a un 50 % en masa en consideración de la productividad.

25 < Preparación de emulsión o líquido de dispersión >

El medio acuoso (200 partes) se vertió en un recipiente, se agitó a 8.500 rpm con un homogeneizador TK (que es fabricado por Tokushu Kikai Kogyo Co. Ltd.), se añadió al mismo la solución o el líquido de dispersión de los materiales de tóner (100 partes) que se preparó en lo que antecede, y se mezcló durante 10 minutos para preparar de ese modo una emulsión o un líquido de dispersión (pasta en emulsión).

< Retirada de disolvente orgánico >

35 En un matraz que estaba equipado con un agitador y un termómetro, se cargó la pasta en emulsión (100 partes) que se preparó en lo que antecede, y el disolvente se retiró de la misma a 30 °C durante 12 horas al tiempo que se agitaba a una velocidad circunferencial de agitación de 20 m/min.

< Lavado y secado >

40 Después de que 100 partes de la pasta de dispersión se hayan filtrado a presión reducida, 100 partes de agua de intercambio iónico se añadieron a la torta de filtración resultante y se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos usando un homogeneizador TK (que es fabricado por Tokushu Kikai Kogyo Co. Ltd.), seguido por un tratamiento de filtración. A la torta de filtración que se preparó de este modo se añadieron 300 partes de agua de intercambio iónico, y se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos, seguido por un tratamiento de filtración. Este tratamiento se repitió dos veces. Una solución acuosa de hidróxido de sodio al 10 % en masa (20 partes) se añadió a la torta de filtración y se mezcló a 12.000 rpm durante 30 minutos usando un homogeneizador TK y, a continuación, se filtró a presión reducida. A la torta de filtración que se preparó como en lo que antecede, se añadieron 300 partes de agua de intercambio iónico, y se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos usando un homogeneizador TK, seguido por un tratamiento de filtración. Este tratamiento se repitió dos veces. Además, a la torta de filtración que se preparó, se añadieron 20 partes de una solución acuosa de hidróxido de sodio al 10 % en masa, se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos usando un homogeneizador TK y, a continuación, se filtró. A la torta de filtración que se preparó de este modo se añadieron 300 partes de agua de intercambio iónico, y se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos usando un homogeneizador TK, seguido por un tratamiento de filtración. Este tratamiento se repitió dos veces y, de ese modo, se obtuvo una torta de filtración final.

La torta de filtración final que se obtuvo de este modo se secó con un secador de aire circulante a 45 °C durante 48 horas y se tamizó con una malla con unas aberturas de 75 µm para de ese modo obtener unas partículas de base de tóner (la base de tóner de color amarillo YE2).

60 (Ejemplo B18: Base de tóner de color magenta ME2)

< Preparación de solución o líquido de dispersión de material de tóner >

65 En un vaso de precipitados, se cargaron el poliéster modificado con urea (5 partes), un poliéster modificado con estireno (64,5 partes) (tipo soluble, Tg: 52 °C, AV 16,5, Mw: 90.000, que es producido por KAO Corporation), la

mezcla madre de color magenta E (17,5 partes), una dispersión de cera (30 partes) y acetato de etilo (100 partes), y se disolvió con agitación. Una solución de material del producto de reacción se preparó usando un molino de perlas (ULTRA VISCOMILL que es fabricado por Aimex Co., Ltd.) en las siguientes condiciones: tasa de alimentación de líquido: 1 kg/h, velocidad circunferencial de disco: 6 m/s, perla de circonia de 0,5 mm que se cargó a un 80 % en volumen, y tres pasadas. Entonces, la quetimina (2,7 partes) se añadió a la solución de material y se disolvió en la misma para preparar un líquido de composición de tóner. El contenido en sólidos de la solución o el líquido de dispersión se ajustó a un 50 % en masa en consideración de la productividad.

La preparación de emulsión o líquido de dispersión, la retirada de disolvente orgánico, el lavado y el secado para la partícula de base de tóner de color amarillo YE2 se repitieron excepto por la preparación de solución o líquido de dispersión de un material de tóner, obteniendo de ese modo una partícula de base de tóner (la base de tóner de color magenta ME2).

(Ejemplo B19: Base de tóner de color amarillo YE3)

< Preparación de líquido de dispersión de poliéster cristalino >

Se mezclaron un poliéster cristalino (Tm: 70 °C, que es producido por KAO Corporation) (20 partes) y acetato de etilo (80 partes). Entonces, la mezcla se dispersó por medio de un molino de bolas (perla de circonia de 0,5 mm) (ULTRA VISCOMILL que es fabricado por Aimex Co., Ltd.) y se dispersó finamente adicionalmente por medio de un molino de estrella (que es fabricado por Ashizawa Co. Ltd.) para producir de ese modo un líquido de dispersión cristalino que tiene un diámetro de partícula promedio de 0,7 µm.

< Preparación de solución o líquido de dispersión de material de tóner >

En un vaso de precipitados, se cargaron el poliéster modificado con urea (10 partes), un poliéster no modificado (64,5 partes) (tipo soluble, SREX- 005L, que es producido por Sanyo Chemical Co., Ltd.), la mezcla madre de color amarillo E (17,5 partes), una dispersión de cera (30 partes), el líquido de dispersión de poliéster cristalino (25 partes), y acetato de etilo (60 partes), y se disolvió con agitación. Una solución de material del producto de reacción se preparó usando un molino de perlas (ULTRA VISCOMILL que es fabricado por Aimex Co., Ltd.) en las siguientes condiciones: tasa de alimentación de líquido: 1 kg/h, velocidad circunferencial de disco: 6 m/s, perla de circonia de 0,5 mm que se cargó a un 80 % en volumen, y tres pasadas. Entonces, la quetimina (2,7 partes) se añadió a la solución de material y se disolvió en la misma para preparar un líquido de composición de tóner. El contenido en sólidos de la solución o el líquido de dispersión se ajustó a un 50 % en masa en consideración de la productividad.

[Preparación de emulsión o líquido de dispersión]

La fase de medio acuoso (200 partes) se vertió en un recipiente, se agitó a 8.500 rpm con un homogeneizador TK (que es fabricado por Tokushu Kikai Kogyo Co. Ltd.), se añadió al mismo la solución o el líquido de dispersión de un material de tóner (100 partes) que se preparó en lo que antecede, y se mezcló durante 10 minutos para preparar de ese modo una emulsión o un líquido de dispersión (pasta en emulsión).

< Retirada de disolvente orgánico >

En un matraz que estaba equipado con un agitador y un termómetro, se cargó la pasta en emulsión (100 partes) que se preparó en lo que antecede, y el disolvente se retiró de la misma a 30 °C durante 12 horas al tiempo que se agitaba a una velocidad circunferencial de agitación de 20 m/min.

< Lavado y secado >

Después de que 100 partes de la pasta de dispersión se hayan filtrado a presión reducida, 100 partes de agua de intercambio iónico se añadieron a la torta de filtración resultante y se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos usando un homogeneizador TK (que es fabricado por Tokushu Kikai Kogyo Co. Ltd.), seguido por un tratamiento de filtración. A la torta de filtración que se preparó de este modo se añadieron 300 partes de agua de intercambio iónico, y se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos, seguido por un tratamiento de filtración. Este tratamiento se repitió dos veces. Una solución acuosa de hidróxido de sodio al 10 % en masa (20 partes) se añadió a la torta de filtración y se mezcló a 12.000 rpm durante 30 minutos usando un homogeneizador TK y, a continuación, se filtró a presión reducida. A la torta de filtración que se preparó como en lo que antecede, se añadieron 300 partes de agua de intercambio iónico, y se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos usando un homogeneizador TK, seguido por un tratamiento de filtración. Este tratamiento se repitió dos veces. Además, a la torta de filtración que se preparó, se añadieron 20 partes de un ácido clorhídrico al 10 % en masa, se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos usando un homogeneizador TK y, a continuación, se filtró. A la torta de filtración que se preparó de este modo se añadieron 300 partes de agua de intercambio iónico, y se mezcló a 12.000 rpm durante 10 minutos usando un homogeneizador TK, seguido por un tratamiento de filtración. Este tratamiento se repitió dos veces y, de ese modo, se obtuvo una torta de filtración final.

La torta de filtración final que se obtuvo de este modo se secó con un secador de aire circulante a 45 °C durante 48 horas y se tamizó con una malla con unas aberturas de 75 µm para de ese modo obtener unas partículas de base de tóner (la base de tóner de color amarillo YE3).

5 (Ejemplo B20: Base de tóner de color magenta ME3)

Una partícula de base de tóner (la base de tóner de color magenta ME3) se obtuvo de la misma forma que en el ejemplo B19, excepto por que la mezcla madre de color amarillo E se cambió por la mezcla madre de color magenta E.

10 Cada una de las partículas de base de tóner resultantes (que se abrevian como "partícula o partículas de base) de los ejemplos A1 a A9, los ejemplos B1 a B20 y los ejemplos comparativos A1 a A5 y los ejemplos comparativos B1 a B4 se observó a través de un TEM para su estado de dispersión de pigmento y su diámetro de partícula de pigmento.

15 Los resultados de evaluación de los ejemplos A1 a A9, los ejemplos B1 a B20 y los ejemplos comparativos A1 a A5 y los ejemplos comparativos B1 a B4 se muestran en las Tablas 4A y 4B.

Tabla 4A

	Estado de dispersión de pigmento	Diámetro de partícula de pigmento dispersado	Evaluación exhaustiva	Mezcla madre		Pigmento
Ej. A1	A	B	B	Mezcla madre 1	Aromática: 9000	PR122
Ej. A2	A	B	B	Mezcla madre 2	Aromática: 9000	PR122
Ej. A3	A	A	A	Mezcla madre 3	Aromática: 9000	PR122
Ej. A4	A	B	B	Mezcla madre 1	Aromática: 9000	PR122
Ej. A5	A	B	B	Mezcla madre 2	Aromática: 9000	PR122
Ej. A6	A	A	A	Mezcla madre 3	Aromática: 9000	PR122
Ej. A7	A	B	B	Mezcla madre 2	Aromática: 9000	PR122
Ej. A8	A	A	A	Mezcla madre 3	Aromática: 9000	PR122
Ej. A9	A	B	B	Mezcla madre 1	Aromática: 9000	PR122
Ej. Comp. A1	C	C	D	Mezcla madre 4	Aromática: 9000	PR122
Ej. Comp. A2	C	C	D	Mezcla madre 5	Aromática: 8000	PR122
Ej. Comp. A3	C	C	D	Mezcla madre 6	Aromática: 10000	PR122
Ej. Comp. A4	C	C	D	Mezcla madre 4	Aromática: 9000	PR122
Ej. Comp. A5	Imposible de granular			Mezcla madre 5	Aromática: 8000	PR122

20

Tabla 4B

	Estado de dispersión de pigmento	Diámetro de partícula de pigmento dispersado	Evaluación exhaustiva	Mezcla madre		Pigmento
Ej. B1	A	B	B	YA	De base aromática: 46000	PY185
Ej. B2	A	B	B	YB	Alifática: 46000	PY185
Ej. B3	A	A	A	YC	De base aromática: 25000	PY185/ PY74
Ej. B4	A	A	A	YD	Alifática: 25000	PY185/ PY74
Ej. B5	A	A	A	YE	Alifática: 15000	PY185/ PY74
Ej. B6	A	A	A	YF	Alifática: 10000	PY185/ PY74

	Estado de dispersión de pigmento	Diámetro de partícula de pigmento dispersado	Evaluación exhaustiva	Mezcla madre		Pigmento
Ej. B7	B	A	B	YG	Alifática: 5000	PY185/ PY74
Ej. B8	A	B	B	MA	De base aromática: 46000	PR122
Ej. B9	A	B	B	MB	Alifática 46000	PR122
Ej. B10	A	A	A	MC	De base aromática: 25000	PR122/ PR269
Ej. B11	A	A	A	MD	Alifática: 25000	PR122/ PR269
Ej. B12	A	A	A	ME	Alifática: 15000	PR122/ PR269
Ej. B13	A	A	A	MF	Alifática: 10000	PR122/ PR269
Ej. B14	B	A	B	MG	Alifática: 5000	PR122/ PR269
Ej. B15	A	A	A	MK	Alifática: 15000	PR122/ PR269
Ej. B16	A	A	A	ML	Alifática: 15000	PR122/ PR269
Ej. B17	A	A	A	YE2	Alifática: 15000	PY185/ PY74
Ej. B18	A	A	A	ME2	Alifática: 15000	PR122/ PR269
Ej. B19	A	A	A	YE3	Alifática: 15000	PY185/ PY74
Ej. B20	A	A	A	ME3	Alifática: 15000	PR122/ PR269
Ej. Comp. B1	C	C	D	YH	No modificada: 25000	PY185/ PY74
Ej. Comp. B2	C	C	D	YI	Modificada con estireno: 36000	PY185/ PY74
Ej. Comp. B3	C	C	D	MH	No modificada: 25000	PR122/ PR269
Ej. Comp. B4	C	C	D	MI	Modificada con estireno: 36000	PR122/ PR269

5 Obsérvese que el estado de dispersión de pigmento de las partículas de base típicas (YA), (YE), (YG), (MA), (ME) y (MG) que se producen en los ejemplos se ilustran como imágenes de observación de TEM en la figura 1; y el estado de dispersión de pigmento de las partículas de base típicas (YH) y (MH) que se producen en los ejemplos comparativos se ilustran como imágenes de observación de TEM en la figura 2.

10 Como los criterios de evaluación que se muestran en las Tablas 4A y 4B, en el caso en el que el estado de dispersión de pigmento en el tóner fue excelente (el pigmento se dispersó de manera uniforme), la partícula de base de tóner se evaluó como "A"; en el caso en el que el pigmento se dispersó de manera uniforme pero estaba parcialmente localizado sobre unas superficies del tóner, la partícula de base de tóner se evaluó como "B"; y en el caso en el que todas las partículas de base de tóner están localizadas sobre unas superficies del tóner, la partícula de base de tóner se evaluó como "C". Como el diámetro de partícula de pigmento, un pigmento que tiene unos diámetros de partícula de 150 nm o menor se evaluó como "A"; un pigmento que tiene unos diámetros de partícula más grandes que 150 nm y 250 nm o menor se evaluó como "B"; un pigmento que tiene unos diámetros de partícula más grandes que 250 nm se evaluó como "C".

20 Asimismo, como la evaluación exhaustiva, en el caso en el que tanto el estado de dispersión de pigmento como el diámetro de partícula de pigmento se evaluaron como A, este se clasificó como "A"; en el caso en el que uno del estado de dispersión de pigmento y el diámetro de partícula de pigmento se evaluó como A o B y el otro artículo se evaluó como B, este se clasificó como "B"; uno de estos artículos se evaluó como "A" o "B" y el otro artículo se

evaluó como "C", este se clasificó como "C"; y ambos de estos artículos se evaluaron como "C", este se clasificó como "D".

5 < Ejemplos A10 a A18, ejemplos comparativos A6 a A10, ejemplos B20 a ejemplos B40, y ejemplos comparativos B5 a B8 >

10 Con respecto a 100 partes en masa de cada una de las partículas de base de tóner que se obtienen en los ejemplos A1 a A9, los ejemplos B1 a B20 y los ejemplos comparativos A1 a A5 y los ejemplos comparativos B1 a B4, H1303 (sílice hidrófoba) (1,5 partes en masa), y MA150Al (titanio hidrófobo) (0,8 partes en masa) se mezclaron usando una MEZCLADORA HENSCHTEL, para obtener un tóner que tiene cada una de las partículas de base. Obsérvese que los aditivos se mezclaron en partículas de base de tóner para impartir la aptitud a la fluencia y controlar las propiedades de carga.

15 Cada uno de los tóneres que se han obtenido en lo que antecede se mezcló con el siguiente vehículo para producir un agente de revelado.

[Producción de vehículo]

20 Unas partículas de ferrita de forma esférica que tienen un diámetro de partícula promedio en volumen de 35 µm (como un material de núcleo) se revistieron con una mezcla (como un material de revestimiento) de una resina de silicona y una resina de melamina y, de ese modo, se produjo un vehículo.

[Producción de agente de revelado]

25 Cada uno de los tóneres (5 partes) y el vehículo (95 partes) se mezclaron por medio de un molino de bolas para producir un agente de revelado de dos componentes.

< Evaluación de estabilidad de almacenamiento termorresistente >

30 Los tóneres que se producen en los ejemplos A1 a A9, los ejemplos comparativos A1 a A5 también se midieron para determinar su estabilidad de almacenamiento termorresistente. Estos tóneres se almacenaron en una secadora disponible en el mercado para de ese modo medir la estabilidad de almacenamiento termorresistente. En concreto, el tóner (10 g) se cargó en un frasco de vidrio de 30 ml, el propio frasco de vidrio se dejó reposar sin proporcionar un tapón durante 24 horas en una secadora (que es fabricada por Yamato Kagaku K. K.) con la temperatura del mismo
35 siendo mantenida a 50 °C y colocado en un laboratorio con la temperatura y la humedad siendo controladas a 25 °C/50 % RH y colocado en un laboratorio. A continuación de lo anterior, la muestra se transfirió sobre una malla con unas aberturas de 75 µm, se aplicó a la misma una vibración, y se observó de forma visual si se encontraba o no presente agregado alguno de un tamaño de 1 mm o mayor sobre la malla. En el caso en el que no se reconoció agregado de tóner alguno, este se clasificó como "A": en el caso en el que se hallaron en número menos de 10
40 agregados de tóner, este se clasificó como "B"; y en el caso en el que se hallaron en número 10 o más agregados de tóner, este se clasificó como "C".

< Evaluación de estabilidad de carga >

45 Cada uno de los agentes de revelado de dos componentes se evaluó para determinar su estabilidad de carga por medio de un aparato de formación de imagen a color de tipo tándem ("IMAGIO NEO C350", que es fabricado por Ricoh Company Ltd.), en el que un mecanismo de revestimiento de aceite de silicona se había retirado de la unidad de fijación con el fin de ser remodelado en un sistema de fijación sin aceite, usando un dispositivo en el que la temperatura y la velocidad lineal se habían sintonizado para poder controlarse, y el papel "Papel 6000" (que es
50 producido por Ricoh Company Ltd.).

Obsérvese que el aparato de formación de imagen a color de tipo tándem es capaz de imprimir, de forma continua, papel de tamaño A4 a 35 hojas/min. La velocidad lineal del rodillo de fijación se ajustó a 125 mm/s.

55 Cada uno de los agentes de revelado se cargó en unas unidades de revelado individuales en el aparato de formación de imagen. Usando una tasa de ocupación de imagen de un 5 %, se realizó una operación de funcionamiento de 10.000 hojas para evaluar la imagen impresa. Obsérvese que, durante la operación de funcionamiento, el control del proceso se llevó a cabo para solo una concentración de tóner. Debido a que un tóner con unas propiedades de carga inestables da lugar a una variación considerable en cuanto a la densidad de imagen,
60 las propiedades de carga del mismo se pueden determinar por medio de la "variación en cuanto a la densidad de imagen".

[Variación en cuanto a la densidad de imagen]: se midieron un D. I. de manchas sólidas, es decir, un D. I. promedio de las porciones de mancha sólida de la primera hoja impresa a la 10ª hoja impresa y un D. I. promedio de las porciones de mancha sólida para cada 1.000 hojas impresas, como un D. I. promedio de las porciones de mancha sólida de la 1.001ª hoja impresa a la 1.010ª hoja impresa, un D. I. promedio de las porciones de mancha sólida de la
65

2.001ª hoja impresa a la 2.010ª hoja. Una variación de D. I. $\pm 0,1$ o menor se clasificó como "A", una variación de D. I. más grande que $\pm 0,1$ y $\pm 0,2$ o menor se evaluó como "B"; y una variación de D. I. más grande que $\pm 0,2$ se evaluó como "C".

5 < Evaluación de reproductibilidad de color (saturación de color c^*) >

Los tóneres que se producen en los ejemplos A1 a A9, y los ejemplos comparativos A1 a A5 también se evaluaron para determinar su saturación de color de las imágenes.

- 10 Una muestra de tóner se produjo con una cantidad de adhesión de tóner de $0,4 \text{ mg/cm}^2$ como una imagen que forma un rectángulo de 3 cm x 5 cm sobre una hoja de papel de tamaño A4 (T6000 70W T, que es producida por Ricoh Company Ltd.) en una posición alejada 3 cm del borde de la superficie del papel. La imagen de tóner se fijó sobre la hoja de papel a una velocidad lineal de 280 mm/s mientras que la temperatura del miembro de fijación se controló constantemente para que fuera de 180 °C. A continuación, la imagen se evaluó con el modo de Estatus A de cromaticidad de $L^*a^*b^*$ por medio de un aparato X-Rite (que es fabricado por X-Rite). En concreto, se determinó la saturación de color de c^* (la raíz cuadrada de la suma de $(a^* + b^*)^2$), y el resultado se evaluó como la reproductibilidad de color de la imagen.
- 15

20 Los resultados de evaluación que se determinan como en lo que antecede se muestran en las Tablas 5A y 5B en lo sucesivo.

Tabla 5A

	D. I. en la fase inicial	Saturación de color c^*	Variación en cuanto a la densidad de imagen	Estabilidad de almacenamiento termorresistente	Mezcla madre		Pigmento
Ej. A10	1,41	63	B	A	Mezcla madre 1	De base aromática: 9000	PR122
Ej. A11	1,45	66	A	A	Mezcla madre 2	De base aromática: 9000	PR122
Ej. A12	1,51	66	A	B	Mezcla madre 3	De base aromática: 9000	PR122
Ej. A13	1,47	65	A	A	Mezcla madre 1	De base aromática: 9000	PR122
Ej. A14	1,41	62	A	B	Mezcla madre 2	De base aromática: 9000	PR122
Ej. A15	1,57	67	A	A	Mezcla madre 3	De base aromática: 9000	PR122
Ej. A16	1,52	66	A	B	Mezcla madre 2	De base aromática: 9000	PR122
Ej. A17	1,59	64	A	B	Mezcla madre 3	De base aromática: 9000	PR122
Ej. A18	1,64	70	B	B	Mezcla madre 1	De base aromática: 9000	PR122
Ej. Comp. A6	1,33	51	C	A	Mezcla madre 4	De base aromática: 9000	PR122
Ej. Comp. A7	1,31	52	C	A	Mezcla madre 5	De base aromática: 8000	PR122
Ej. Comp. A8	1,32	51	C	A	Mezcla madre 6	De base aromática: 10000	PR122
Ej. Comp. A9	1,32	61	C	C	Mezcla madre 4	De base aromática: 9000	PR122
Ej. Comp. A10	Imposible de granular				Mezcla madre 5	De base aromática: 8000	PR122

Tabla 5B

	D. l. en la fase inicial	Saturación de color c*	Variación en cuanto a la densidad de imagen	Estabilidad de almacenamiento termorresistente	Mezcla madre		Pigmento
Ej. B21	1,32	-	A	-	YA	De base aromática: 46000	PY185
Ej. B22	1,34	-	A	-	YB	De base alifática: 46000	PY185
Ej. B23	1,40	-	A	-	YC	De base aromática: 25000	PY185/ PY74
Ej. B24	1,42	-	A	-	YD	De base alifática: 25000	PY185/ PY74
Ej. B25	1,51	-	A	-	YE	De base alifática: 15000	PY185/ PY74
Ej. B26	1,50	-	A	-	YF	De base alifática: 10000	PY185/ PY74
Ej. B27	1,51	-	B	-	YG	De base alifática: 5000	PY185/ PY74
Ej. B28	1,36	-	A	-	MA	De base aromática: 46000	PR122
Ej. B29	1,38	-	A	-	MB	De base alifática: 46000	PR122
Ej. B30	1,51	-	A	-	MC	De base aromática: 25000	PR122/ PR269
Ej. B31	1,52	-	A	-	MD	De base alifática: 25000	PR122/ PR269
Ej. B32	1,58	-	A	-	ME	De base alifática: 15000	PR122/ PR269
Ej. B33	1,59	-	A	-	MF	De base alifática: 10000	PR122/ PR269
Ej. B34	1,61	-	B	-	MG	De base alifática: 5000	PR122/ PR269
Ej. B35	1,59	-	A	-	MK	De base alifática: 15000	PR122/ PR269
Ej. B36	1,58	-	A	-	ML	De base alifática: 15000	PR122/ PR269
Ej. B37	1,52	-	A	-	YE2	De base alifática: 15000	PY185/ PY74
Ej. B38	1,59	-	A	-	ME2	De base alifática: 15000	PR122/ PR269
Ej. B39	1,54	-	A	-	YE3	De base alifática: 15000	PY185/ PY74
Ej. B40	1,62	-	A	-	ME3	De base alifática: 15000	PR122/ PR269
Ej. Comp. B5	1,34	-	C	-	YH	No modificada: 25000	PY185/ PY74
Ej. Comp. B6	1,29	-	C	-	YI	Modificada con estireno: 36000	PY185/ PY74
Ej. Comp. B7	1,34	-	C	-	MH	No modificada: 25000	PR122/ PR269
Ej. Comp. B8	1,32	-	C	-	MI	Modificada con estireno: 36000	PR122/ PR269

A continuación, cada uno de los tóneres que se producen en el ejemplo B25 (el tóner de color amarillo YE), el ejemplo B32 (el tóner de color magenta ME), el ejemplo B37 (el tóner de color amarillo YE2), el ejemplo B38 (el tóner de color magenta ME2), el ejemplo B39 (el tóner de color amarillo YE3) y el ejemplo B40 (el tóner de color magenta ME3) se usó y se evaluó para determinar la capacidad de fijación.

Cada uno de los tóneres se evaluó para determinar la capacidad de fijación (mínima temperatura de fijación, temperatura de aparición de offset en caliente y temperatura de fijación), por medio de un aparato de formación de imagen a color de tipo tándem ("IMAGIO NEO C350", que es fabricado por Ricoh Company Ltd.), en el que un mecanismo de revestimiento de aceite de silicona se había retirado de la unidad de fijación con el fin de ser remodelado en un sistema de fijación sin aceite, usando un dispositivo en el que la temperatura y la velocidad lineal se habían sintonizado para poder controlarse, y el papel "Papel 6000" (que es producido por Ricoh Company Ltd.). Obsérvese que el aparato de formación de imagen a color de tipo tándem es capaz de imprimir, de forma continua, papel de tamaño A4 a 35 hojas/min. En este momento, la evaluación se llevó a cabo después de que la velocidad lineal del rodillo de fijación se ajustara a 125 mm/s, y al tiempo que se variaba la temperatura de fijación.

< Evaluación: Comparación de la anchura de temperatura de fijación >

Usando el dispositivo electrofotográfico a color de tipo tándem, cada imagen sólida monocroma (en color amarillo y en color magenta) se formó sobre papel convencional de tal modo que se reveló cada tóner de color monocromo en una cantidad de $0,85 \pm 0,3 \text{ mg/cm}^2$. Las imágenes obtenidas se fijaron para la evaluación al tiempo que se variaba la temperatura del rodillo de calentamiento, y una temperatura de rodillo de fijación a la que la relación residual de la densidad de imagen después de que la imagen fijada se frotara con un paño de tela especializado fue de un 70 % o superior se determinó como la mínima temperatura de fijación y una temperatura de fijación (temperatura de aparición de offset) que dio lugar a un offset en caliente. Los resultados se muestran en la Tabla 6.

Tabla 6

Tóner	Mínima temperatura de fijación	Temperatura de aparición de offset en caliente	Anchura de temperatura de fijación
Tóner de color amarillo YE de Ej. B25	130 °C	180 °C	50 °C
Tóner de color magenta ME de Ej. B32	130 °C	180 °C	50 °C
Tóner de color amarillo YE2 de Ej. B37	130 °C	200 °C	70 °C
Tóner de color magenta ME2 de Ej. B38	130 °C	200 °C	70 °C
Tóner de color amarillo YE3 de Ej. B39	120 °C	200 °C	80 °C
Tóner de color magenta ME3 de Ej. B40	120 °C	200 °C	80 °C

Es decir, el tóner de la presente invención incluye unas partículas de base que se forman mediante la emulsificación o la dispersión, en un medio acuoso, de un líquido de composición de tóner que se obtiene mediante la disolución o la dispersión, en un disolvente orgánico, de al menos una resina aglutinante soluble en el disolvente orgánico y una mezcla madre de colorante que contiene un colorante y una resina de dispersión de colorante. Debido a que la mezcla madre de colorante se produce por medio del amasado en fundido del colorante que contiene pigmento orgánico y un poliéster (resina de dispersión de colorante) que es poco soluble y tiene un peso molecular promedio en peso (Mw) específico, la dispersabilidad del colorante es excelente, y se pueden exhibir una capacidad de carga y unas propiedades de color excelentes y una excelente permeabilidad a OHP. Asimismo, también se pueden exhibir, de forma excelente, propiedades del mismo tales como la capacidad de fijación a baja temperatura, la resistencia de offset en caliente y la estabilidad de almacenamiento termorresistente. Obsérvese que la resina de dispersión de colorante es poco soluble en disolventes orgánicos a una temperatura de 50 °C o menor cuando se usa en la preparación de la composición de tóner y en la formación de partículas de base, y la temperatura de transición vítrea (Tg) del mismo es preferiblemente de 50 °C a 100 °C.

Cuando se usa como una resina aglutinante, una resina que se obtiene por la reactividad de un precursor de resina que contiene un compuesto que contiene un hidrógeno activo y un polímero (en concreto, un poliéster que tiene un grupo funcional reactivo con un grupo hidrógeno activo) que tiene un grupo funcional reactivo con el grupo hidrógeno activo del compuesto que contiene un hidrógeno activo, se puede proporcionar un tóner adicionalmente excelente en cuanto a la resistencia de offset en caliente y un agente de revelado que contiene el tóner.

La presente invención puede proporcionar un tóner de formación de imagen, un agente de revelado de formación de imagen y un método de formación de imagen para visualizar una imagen electrostática latente sobre un miembro de

soporte de imagen (fotoconductor) en un aparato electrofotográfico, un aparato de grabación electrostática, y puede formar imágenes de alta calidad en las que la aparición de una densidad no uniforme se suprime incluso cuando se usa de forma continua.

REIVINDICACIONES

1. Un tóner que comprende:

5 unas partículas de base que se forman mediante la emulsificación o la dispersión, en un medio acuoso, de un líquido de composición de tóner que se obtiene mediante la disolución o la dispersión, en acetato de etilo, de al menos una resina aglutinante soluble en acetato de etilo y una mezcla madre de colorante que contiene un colorante y una resina de dispersión de colorante, en el que la resina de dispersión de colorante es una resina que tiene poca solubilidad, definida en lo sucesivo:

10 donde la "poca solubilidad" quiere decir que, cuando 4 partes en masa de la resina de dispersión de colorante se añaden a y se mezclan con 10 partes en masa de acetato de etilo, la mezcla se vuelve turbia y de color blanco a 25 °C o se vuelve una solución transparente una vez a 25 °C y, a continuación, se vuelve turbia y de color blanco dentro de un plazo de 12 horas.

15 2. El tóner de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la resina de dispersión de colorante es una resina que contiene una estructura de enlace de amida y que tiene un peso molecular promedio en peso (Mw) de 5.000 a 50.000.

20 3. El tóner de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 y 2, en el que la resina de dispersión de colorante es una resina de poliéster que contiene una estructura de enlace de amida y que tiene un peso molecular promedio en peso (Mw) de 5.000 a 50.000.

25 4. El tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la resina de dispersión de colorante contiene una resina cristalina que se obtiene mediante la cristalización de la resina aglutinante.

30 5. El tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la mezcla madre de colorante se obtiene mediante el amasado en fundido de un colorante que contiene pigmento orgánico y la resina de dispersión de colorante.

6. El tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la resina aglutinante presenta compatibilidad con la resina de dispersión de colorante cuando se amasa con la resina de dispersión de colorante.

35 7. El tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el colorante contiene un pigmento orgánico que está seleccionado de entre el grupo que consiste en C. I. Pigmento Amarillo 74, C. I. Pigmento Amarillo 185 y C. I. Pigmento Rojo 122.

40 8. El tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el líquido de composición de tóner contiene un compuesto que contiene un grupo hidrógeno activo y un precursor de resina que contiene un polímero que tiene un grupo funcional reactivo con el grupo hidrógeno activo del compuesto que contiene un grupo hidrógeno activo, y la resina aglutinante se obtiene mediante una reacción del precursor de resina.

45 9. El tóner de acuerdo con la reivindicación 8, en el que el polímero que tiene el grupo funcional reactivo con el grupo hidrógeno activo es un poliéster que tiene el grupo funcional reactivo con el grupo hidrógeno activo.

50 10. El tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que el líquido de composición de tóner contiene un poliéster no modificado (A) junto con un poliéster (B) que tiene un grupo funcional reactivo con un grupo hidrógeno activo, y una relación de masa del poliéster (B) con respecto al poliéster no modificado (A) es de 1/19 a 3/1.

11. El tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que la resina aglutinante contiene uno de un poliéster modificado con estireno y un poliéster modificado con olefina.

55 12. El tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que el líquido de composición de tóner comprende adicionalmente un poliéster cristalino insoluble en acetato de etilo.

60 13. El tóner de acuerdo con la reivindicación 12, en el que el punto de fusión del poliéster cristalino que se corresponde con una temperatura endotérmica de pico que se mide por calorimetría diferencial de barrido (DSC) es de 60 °C a 110 °C.

14. Un método para producir el tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, comprendiendo el método:

65 disolver al menos la resina aglutinante soluble en el acetato de etilo y la mezcla madre de colorante que se obtiene mediante el amasado en fundido del colorante y la resina de dispersión de colorante en acetato de etilo para preparar un líquido de composición de tóner que sirve como una fase oleosa, y

emulsionar o dispersar la fase oleosa en el medio acuoso para preparar una emulsión o un líquido de dispersión, y retirar el disolvente orgánico de la emulsión o el líquido de dispersión para formar las partículas de base,

5 en el que la resina de dispersión de colorante es una resina que tiene poca solubilidad, definida en lo sucesivo:

donde la "poca solubilidad" quiere decir que, cuando 4 partes en masa de la resina de dispersión de colorante se añaden a y se mezclan con 10 partes en masa de acetato de etilo, la mezcla se vuelve turbia y de color blanco a 25 °C o se vuelve una solución transparente una vez a 25 °C y, a continuación, se vuelve turbia y de color blanco dentro de un plazo de 12 horas.

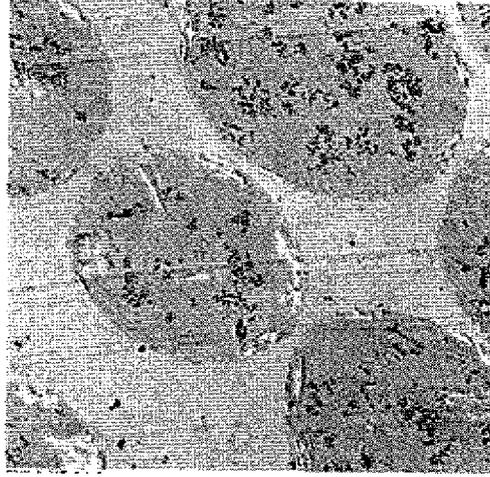
10

15. Un agente de revelado que comprende:

el tóner de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, y un vehículo.

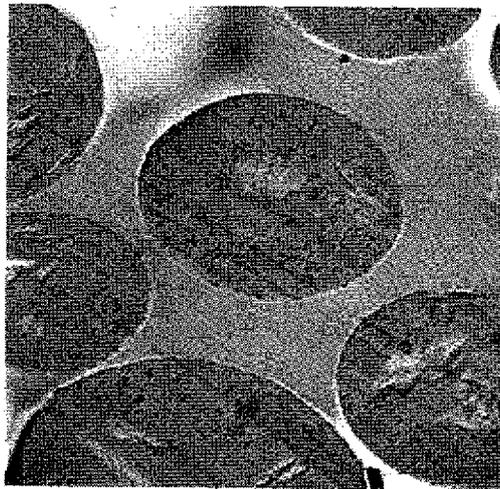
15

FIG. 1A



YA

FIG. 1B



YE

FIG. 1C



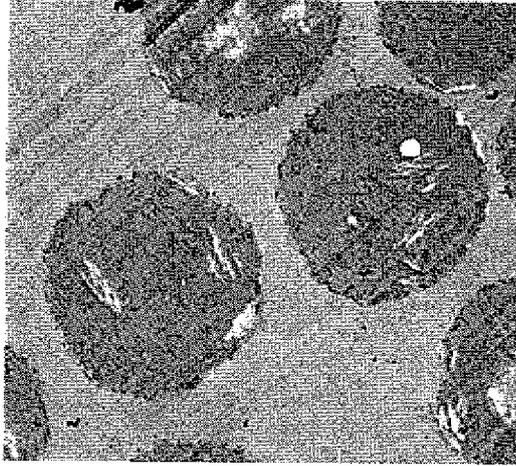
YG

FIG. 1D



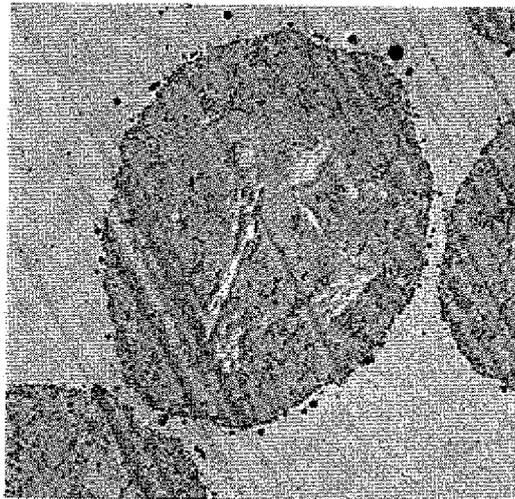
MA

FIG. 1E



ME

FIG. 1F



MG

FIG. 2A



YH

FIG. 2B



MH