

(19) DANMARK



DIREKTORATET FOR
PATENT- OG VAREMÆRKEVÆSENET



(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT (11) 145067 B

(21) Ansøgning nr. 716/76 (51) Int.Cl.³ G 03 G 9/08

(22) Indleveringsdag 20. feb. 1976

(24) Løbedag 20. feb. 1976

(41) Alm. tilgængelig 22. aug. 1976

(44) Fremlagt 16. aug. 1982

(86) International ansøgning nr. -

(86) International indleveringsdag -

(85) Videreførelsesdag -

(62) Stamansøgning nr. -

(30) Prioritet 21. feb. 1975, 20988/75, JP

(71) Ansøger HITACHI METALS LTD., Tokyo, JP.

(72) Opfinder Akio Mukoh, JP: Hirosada Morishita, JP: Yasuki Mori, JP:
Koji Noguchi, JP: Hideki Harada, JP: Toshio Kumakura, JP.

(74) Fuldmægtig Ingeniørfirmaet Hofman-Bang & Boutard.

(54) Toner til elektrofotografisk frem=
kalder.

DK 145067 B

Opfindelsen angår en toner af den i krav 1's indledning angivne art.

Fra beskrivelsen til USA patent nr. 2 297 691 kendes en fremgangsmåde til elektrofotografisk kopiering, ved hvilken der kan fremstilles et til originalen svarende elektrostatisk ladningsbillede, som derpå fremkaldes ved aflejring af findelt pulveriseret fremkalder eller toner på ladningsbillede, som så igen kan overføres på et billedmodtagende materiale såsom papir. Det overførte billede kan i tilslutning derpå varigt fixeres på det billedmodtagende materiale f.eks. ved opvarmning. Alternativt dertil kan tonerbilledet fixeres til det fotoledende lag, hvis trinnet med overføring af pulverbilledet skal bortfalde.

Til sådanne tonere hører den indledningsvist anførte toner. Da fremkalderen ingen bæreparkler indeholder, er det fremkaldte billedes kvalitet meget stabil i lang tid, hvorved det til fremkaldningsapparatet svarende kopieringsapparat vil kunne forenkles.

Ved en traditionel fremgangsmåde til fremstilling af en sådan toner, som f.eks. er kendt fra DE-AS 1 936 651 eller DE-OS 2 431 200 går man frem på følgende måde: Først bliver formstof-bindemidlet og magnetiske partikler blandet ved en temperatur, ved hvilken formstof-bindemidlet smelter, hvorpå den resulterende blanding efter afkølingen bliver pulveriseret og de resulterende partikler dispergeret i en varm luftstrøm (fra f.eks. 505-537 °C eller 480 - 595 °C) og derved gjort kugleformede; de kugleformede partikler bliver derefter blandet med elektrisk ledende partikler, hvorpå den resulterende blanding igen bliver dispergeret i en varm luftstrøm (fra f.eks. 383 °C eller 370 - 430 °C), således at de elektrisk ledende partikler bliver indesluttet i overfladelaget af de kuglefor-

mede tonerpartikler; partiklerne bliver endeligt klassificeret eller sigtet af hensyn til en egnet partikelstørrelse.

5 I denne sammenhæng er det i detaljer blevet kendt som et formstof-bindemiddel at anvende en blanding af en voksagtig forbindelse og en termoplastisk kunstharpiks (se f.eks. DE-OS 2 431 200), hvor den voksagtige forbindelse er polyethylen, en alifatisk voks eller en hydroxyleret fedtsyre, medens den termoplastiske kunstharpiks 10 er en celluloseester, vinylpolymerisat, vinylcopolymerisat, polyamid eller polystyrol, til de magnetiske partikler anvendes endvidere magnetit, bariumferit, nikkelzinkferit, chromoxid og nikkelloxid (se DE-OS 2 431 200) og til de elektrisk ledende partikler anvendes meget godt ledende kulstof såsom kønrøg (se DE-OS 2 431 200); endelig 15 anvendes som formstof-bindemiddel fast epoxidharpiks (epichlorhydrin/bisphenol-A, smeltepunkt 95 - 105 °C, epoxidækvivalent 875 -1025, MW 1400) (se DE-AS 1 937 651).

20 Tonerpartiklerne kan have en diameter fra f.eks. 5 - 25 μm ved en (specifik) elektrisk modstand af toneren fra $10^5 - 10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ i et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 V/cm og fra $10^4 - 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ i et elektrisk jævnspændingsfelt på 10 000 V/cm (se DE-OS 2 431 200); fortrinsvis har tonerpartiklerne en diameter fra 2 - 15 μm (se DE-AS 25 1 937 651).

Ved en anden konventionel fremgangsmåde til fremstilling af pulverformet fremkalder bliver formstof-bindemiddel og magnetiske partikler blandet ved en temperatur, ved hvilken formstof-bindemidlet smelter, blandingen bliver 30 efter afkøling pulveriseret, og de resulterende partikler klassificeret eller sigtet til en egnet partikelstørrelse; partiklerne bliver derpå dispergeret i en varm væske, som ikke opløser partiklerne, i hvilken elektrisk ledende

de partikler bliver dispergeret; de resulterende partikler bliver tørret efter skylning; derpå bliver partiklerne gjort kugleformede, hvorpå de elektrisk ledende partikler ligeledes bliver indesluttet i tonerpartiklernes overflade.

De ifølge denne konventionelle fremgangsmåde frembragte tonerpartikler har en isolerende kerne og et elektrisk ledende yderlag. Sådanne partikler har derudover ringe elektrisk modstand ved høj elektrisk feltstyrke og høj elektrisk modstand ved lav feltstyrke.

Som følge deraf har tonerpartiklerne gode elektriske klæbeegenskaber for elektriske ladninger efter fjernelsen af toneren fra det kraftige elektriske felt. Derved antages det, at klæbeegenskaberne for elektriske ledninger så er af særlig betydning, når tonerens billedmønster skal overføres fra den fotoledende overflade til et billedmodtagende materiale uden partikeltab.

De ifølge denne konventionelle fremgangsmåde fremstillede tonerpartikler indeholder ganske vist ingen elektrisk ledende partikler i det indre, således at partiklerne har kraftig tilbøjelighed til sammenklumpning.

Tilsvarende er det ved de tidligere fremgangsmåder til fremstilling af fremkalderpulver overordentlig vanskeligt at dispergere de pulveriserede partikler ensartet i en varm luftstrøm, hvorved den gennemsnitlige partikelstørrelse vokser. Derudover er det forbundet med vanskeligheder at anbringe elektrisk ledende partikler ensartet på de resulterende kugleformede partikler ved blandingen; det på denne måde fremstillede fremkalderpulver har derfor ingen ensartet elektrisk ledende yderlag.

I den sidstnævnte fremgangsmåde har tonerpartiklerne lige-

ledes ingen ensartet elektrisk ledende yderlag, og produktiviteten ved denne fremgangsmåde er tydeligvis ikke så god.

5 Når der desuden ved denne kendte fremgangsmåde som elektrisk ledende partikler f.eks. anvendes kønrøg, ændrer den elektriske modstand sig afgørende ved blot ringe svingninger af mængden af kønrøg i området fra $10^5 - 10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ i et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 V/cm. Til opnåelse af gode billedkopier, især ifølge den såkaldte PPC-
10 fremgangsmåde (Plain Paper Copier) - kopier på ubehandlet papir eller normalt papir - skal den (specifikke) elektriske modstand derfor styres nøjagtigt.

Derfor er det et formål med opfindelsen at frembringe en toner til elektrofotografisk fremkalder af den indledningsvis angivne art, hvis elektriske egenskaber er relativt ufølsomme overfor svingninger af indholdet af elektriske partikler, og som tillige kan fremstilles uden
15 vanskeligheder.

Dette formål opnås ifølge opfindelsen, ved at den indledningsvis angivne toner er ejendommelig ved det i krav 1's kendetegnende del angivne.
20

For toneren ifølge opfindelsen kan følgende fordele anføres:

- 25 (1) dens elektriske modstand er særdeles reproducerbar, især i området fra $10^6 - 10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ ved et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 V/cm, hvilket især er fordelagtigt ved kopiering på normalpapir (såkaldt PPC-fremgangsmåden);
- (2) den faste billedtæthed af kopien er meget høj;
- (3) den er væsentlig enklere at fremstille og dermed er
30 produktiviteten højere end tidligere;
- (4) egenskaberne ved det med toneren fremstillede billede, f.eks. billedopløsning, baggrund og klæbeegenskaber er sam-

- menlignelig med egenskaberne ved de sædvanlig fremkaldte billeder; og
- (5) ved anvendelse af kønrøg som elektrisk ledende partikler kan man fremstille sorte billeder, selv om der anvendes ikke-sorte magnetiske partikler, f.eks. metalpulver, Mn-Zn-ferrit eller Ni-Zn-ferrit.

Fordelagtige videreudviklinger af toneren er angivet i kravene 2 - 11.

I detaljer:

- 10 Indholdet af plast-bindemiddel ligger i området fra 30 - 60 vægt-%, fortrinsvis ved 40 - 55 vægt-%. Når mængden er mindre end 30 vægt-%, kan tonerpartiklerne kun med vanskelighed gøres kugleformede. Tonerens strømningsevne er tilsvarende ikke så god, således at det fremkaldte billede viser ujævnheder. Desuden er klæbeevoen mellem toneren og det billedmodtagende materiale i dette tilfælde ikke mere tilstrækkeligt til fixering. Når der på den anden side anvendes mere end 60 vægt-% plast-bindemiddel, er indholdet af magnetiske partikler ikke mere tilstrækkeligt til fremkaldning med "magnetisk børste", således at baggrundstætheden vokser, og billedeopløsningen bliver dårligere.

Som plast-bindemiddel kan anvendes sædvanlig harpiks til varmefixering samt til trykfixering.

- 25 Til de anvendte varmefixerede harpikser hører f.eks. gummi, naturlig harpiks såsom kolophonium, styrol, butadienstyrol-copolymer, acrylformstof, polyvinylchlorid, polyvinylacetat, siliconeformstof, terpenformstof, vinylchlorid-vinylacetat-copolymer, epoxyformstof, polyesterformstof, styren-acrylformstof-copolymer, acrylformstof, phenolformstof, ketonformstof eller maleinformstof.

Som formstoffer for trykfixering kan f.eks. anvendes formstoffer, som er beskrevet i JP-OS 5 011 276 og 5 011 277. Hertil hører f.eks. voks, polyethylen, ethylen-vinylacetat-copolymer, ethylen-acrylformstof-copolymer, isomere eller polyoxyethylen. Plast-bindemidlets smeltepunkt ligger omtrent mellem 60 og 170 °C, fortrinsvis ved omtrent 75 - 130 °C.

Indholdet af magnetiske partikler ligger i området fra 35 - 65 vægt-%, fortrinsvis ved 40 - 60 vægt-%. Hvis mængden er mindre end 35 vægt-%, er den magnetiske kraft af toneren ikke tilstrækkelig til fremkaldning af et elektrostatiske latent billede med en magnetisk børste proces. I dette tilfælde bliver toneren let spredt af den magnetiske valse, hvorved baggrundstætheden samt billedopløsningen bliver tilsvarende dårligere.

Når mængden andrager over 65%, vil indholdet af plast-binder være mindre end 33%. Fixering af det kopierede billede samt tætheden i fast tilstand bliver derved tilsvarende dårligere.

De magnetiske partikler bliver udvalgt blandt metaller såsom Fe, Ni og Co, magnetiske legeringer af Fe, Ni, Co, Al, Cu, Pb, Mg, Sn, Zn, Au, Ag, Sb, Be, Cd, Ca, Mn, Se, Ti, W, V eller Zr, oxider såsom jernoxid, aluminiumoxid, nikkeloxid, zinkoxid, zirkoniumoxid, titanoxid og magnesiumoxid, nitrider som vanadiumnitrid og chromnitrid, carbider såsom wolframcarbide og siliciumcarbide samt ferritter såsom Mn-Zn-ferrit, Ni-Zn-ferrit, Sr-ferrit samt Ba-ferrit.

Partikelstørrelsen af de magnetiske partikler ligger fortrinsvis ved 0,1 - 1,0 μm. Til fremstilling af sorte billeder anvendes fortrinsvis magnetit.

Indholdet af elektrisk ledende partikler, som er ensartet fordelt i toneren, ligger ifølge opfindelsen i området 2 - 30 vægt-%, fortrinsvis ved 4 - 20 vægt-%. Til de ifølge opfindelsen anvendelige elektrisk ledende partikler hører kønrøg, metal såsom Cu, Al, Ag, Ni eller Co samt legeringer, oxider samt blandinger af disse stoffer. Desuden kan overfladeaktivatorer, f.eks. metalsæber af organiske syrer såsom naphthensyre, octensyre og stearinsyre anvendes med metaller såsom Na, K, Ca, Ba, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Pb, Zr samt overgangsmetaller, desuden organiske phosphider, såsom triphenylphosphid og trioctadesylphosphid, organiske tinforbindelser, såsom butyltinmaleat og dibutyltinoxid, organiske estere af flergyldige alkoholer, phenolderivater af aliphatiske forbindelser, polyoxyethylen, alkylamin, såsom alkylpyridiniumsolt, alkylbetain og tetraalkylammoniumsulfat eller alkylsulfonsyresalt.

Når mængden af elektrisk ledende partikler er mindre end 2 vægt-%, er tonerens elektriske modstand over $10^2 \Omega \cdot \text{cm}$ ved et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 V/cm, hvorved egenskaberne af kopierne såsom f.eks. tæthed, opløsning, baggrund og nuancer i billedet bliver dårligere. Når mængden på den anden side er over 30 vægt-%, er indholdet af plastbinder og magnetiske partikler mindre end 70 vægt-%. Derfor bliver fixeringen af billedet, fasttætheden og lignende dårligere. For at opnå sort billede foretrækkes det at benytte kønrøg med en partikelstørrelse i området 10 - 40 μm .

Den elektriske modstand af toner fremstillet ved konventionelle metoder ændres kritisk ved blot en smule elektrisk ledende partikler i området $10^5 - 10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ i et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 V/cm. Det er derfor meget vanskeligt at opnå genvinding af toner med elektrisk specifik modstand i samme område. For at opnå gode kopier, især ved PPC-metoden er det nødvendigt at

styre den elektriske specifikke modstand nøjagtigt i området $10^5 - 10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ i et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 V/cm.

5 Den elektriske modstand af toneren ifølge opfindelsen er meget stabil i området fra $10^2 - 10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ ved et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 V/cm. Toneren ifølge opfindelsen kan derfor anvendes ved PPC-metoden, som kræver elektrisk specifik modstand i området $10^5 - 10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ i et elektrisk jævnspændingsfelt 100 V/cm.

10 Elektriske modstandsmålinger er udført på toneren ifølge opfindelsen i en $1 \text{ cm}^2 \cdot 1 \text{ cm}$ prøve imellem kviksølvelektroder.

15 Ved anvendelse af lys-farvet og transparente magnetiske partikler, såsom metal, legeringer, oxider samt andre transparente magnetiske materialer, lysfarvede eller transparente elektrisk ledende materialer såsom metaller og legeringer, plast-bindemidler og farvematerialer kan tilsvarende farvede toner opnås. Til farvematerialerne hører chromophor indeholdende polymer og farvemidler såsom lithol maroon toner, alizarin lak B, bonred toner 5B, Ca-lithol-toner, Ba-lithol-toner, pigmentskarlet, bonred-toner-Y, litholrubin, brilliantrødlak R, lak rød C, benzidin-orange, hansa-gul, benzidin-gul, rhodamin 6G lak, 20 rhodamin-toner-B, para-rød-toner-lys, PTA-violet-toner, Peacock-blåtoner, permanent peacock-blå, victoria-blåtoner, Cu-phthalocyanin, alkaliblå-toner, malachit-grøn-toner, phthalocyanin-grøn og lignende.

30 Toneren ifølge opfindelsen kan desuden indeholde tørt smørende materiale, som forbedrer strømningsevnen af toneren i det magnetiske fremkalderapparat. Imidlertid bliver tonerens elektriske specifikke modstand og triboelektriske egenskaber stærkt påvirket af tørt smørende mate-

rialer. Hvis mængden af tørt smørende materialer er for stor, bliver egenskaberne ved det kopierede billede, såsom billedopløsning, baggrund og billednuancer, dårligere. Passende tørt smørende materialer indeholder stearatmas-
5 ser, kiselsyreanhydrid, aluminiumoxid, titaniumoxid og lignende med en partikelstørrelse i området 3 - 40 μm . Mængden af det tørre smørende materiale i toneren ifølge opfindelsen er fortrinsvis op til 1,0 vægtprocent.

10 Partikelstørrelsen af toneren ifølge opfindelsen er omkring 1 - 100 μu . Fortrinsvis er den omkring 5 - 40 μu for opnåelse af et godt billede, såsom baggrund, opløsning og halvtone.

15 Desuden er den specifikke vægt af toneren ifølge opfindelsen fortrinsvis i området 1,4 - 2,3. Hvis den er mindre end 1,4, er den samlede mængde magnetiske partikler og elektrisk ledende partikler utilstrækkelig til at opnå gode kopier. Hvis den er mere end 2,3, er mængden af plastbin-
der ikke tilstrækkelig til at opnå god fastholdelse.

20 Hvis de elektrisk ledende partikler er kombineret med et farvemiddel, er det ikke nødvendigt at tilføje et farvende middel igen, og det farvende middel bliver udspredd ensartet i toneren ifølge opfindelsen, hvorfor man er i stand til at opnå et godt kopieret billede, såsom kontrast, fast tæthed og lignende med trykfastgørelsesmetoden.

25 Med toneren ifølge opfindelsen bliver et elektrostatisk latent billede udmærket fremkaldt ved den magnetiske børsteproces. Især har toneren ifølge opfindelsen en stabil elektrisk specifik modstand i området $10^5 - 10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ i et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 volt pr. cm, hvor-
30 for det er egnet især til PPC (plain paper copier) metoden. Desuden er tonerne ifølge opfindelsen meget let at fremstille eller fabrikere.

Opfindelsen er desuden illustreret ved følgende eksempler. Alle dele og procenter er vægtprocenter, medmindre andet er anført.

5 EKSEMPEL 1

Der blev fremstillet plastbindemiddel ved blanding af 7 vægtdele af en microkrystallinsk voks, som er polymeriseret af ethylen og har en molekylvægt på 560, en tæthed på 0,94 g/cm³ og et blødgøringspunkt på 160 °C, 2 dele af 10 en ethylen-vinylacetat-copolymer med en vinylacetat andel på 19 vægt-% og en tæthed på 0,94 g/cm³ og 1 del γ -methylstyrol-vinyltoluol-copolymer med en tæthed på 1,04 g/cm³ i en sædvanlig blander ved en temperatur imellem 130 og 150 °C. De i tabel I angivne syv arter blandinger for to- 15 neren blev opnået ved tilsætning af forskellige mængder af kønrøg som farvemiddel og elektriske ledende partikler til plast-bindemidlet og ved homogenisering i en gummi-valsemølle ved en temperatur imellem 130 og 150 °C, idet der stadig tilførtes magnetit (Fe₃O₄) og hver af blandingerne 20 blev blandet med den samme gummi-valsemølle.

Den i tabel I angivne prøve nr. 1 er anført som sammenlignings-eksempel.

TABEL I

<u>Sammensætning</u>	<u>Prøve nr.</u>						
	1	2	3	4	5	6	7
Kønrøg (vægt-%)	1	2	3	5	7	9	10
Plastbinder (vægt-%)	49	48	47	45	43	41	40
Magnetit (vægt-%)	50	50	50	50	50	50	50

Hver af blandingerne blev formalet i en konventionel pul-

verisator til partikelstørrelsen på for det meste 1 mm i diameter, og dernæst i en konventionel kuglemølle til fint pulver, i hvilket kønrøgparkler blev homogent blandet. Derefter blev hvert pulver klassificeret ved et konventionelt klassificeringsapparat. Partikelstørrelsesfordelingen af de klassificerede partikler var følgende:

diameter 100 - 200 μm : 6 - 9 vægt-%
diameter 50 - 100 μm : 17 - 25 vægt-%
diameter <50 μm : 65 - 75 vægt-%.

10 Modstanden af den enkelte toner (partikelstørrelse <50 μm) blev bestemt ved den allerede nævnte fremgangsmåde. Modstanden af prøve nr. 1 androg mindst $10^{11} \Omega\text{cm}$ ved et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 V/cm. Den elektriske modstand aftog med voksende indhold af kønrøg. Modstanden af 15 prøve nr. 7 androg $3 \cdot 10^3 \Omega\text{cm}$ eller $1 \cdot 10^3 \Omega\text{cm}$ ved et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 V/cm eller 1000 V/cm.

Den specifikke vægt blev desuden bestemt for hver prøve. Tætheden var næsten lineært afhængig af kønrøg mængden. Den specifikke vægt af prøve nr. 1 og nr. 7 androg henholdsvis 1,65 og 1,79 g/ml.

Da de ovennævnte tonere indeholdt bestemte mængder elektrisk ledende partikler, kunne der fremkaldes elektrostatisk latente billeder med hver af disse tonere ifølge CPP og PPC-metoden ved sædvanlige elektrofotografiske processer til synlige billeder. Fixeringsegenskaberne af 25 papirkopien var udmærkede for hver af de nævnte tonere. Kopier med toner nr. 1 havde ganske vist følgende ulemper: den anbragte tonermængde var ringe, billedtætheden og opløsningen var utilstrækkelige og for meget toner blev anbragt ved kanten af det latente billede.

30 På den anden side blev de med toner nr. 2 til nr. 7 frembragte kopier meget klare og nøje afgrænsede. Det var klart,

at billedtætheden, kontrastforholdet og glansen af det duplikerede billede voksede, efterhånden som mængden af kønrøg i toneren blev forøget.

5 Strømningsevnen af en toner ifølge opfindelsen kan yderligere forbedres ved aflejring af velkendte tørsmørende materialer eller ved sfærodisering af partiklerne i toneren. F.eks. kan enhver magnetisk toner som anført ovenfor have ringe mængde fint pulveriseret kiselsyreanhydrid (partikelstørrelse 3 - 10 μ) på overfladerne af partiklerne, 10 og partiklerne kan så sfærodiseres i varm aerosol ved en temperatur mellem 400 og 450 °C og, hvis det er nødvendigt, kan fint pulveriserede kiselsyreanhydrid tilføres til overfladerne af partiklerne igen. På denne måde blev der opnået tonerpartikler med udmærket strømningsevne og næsten sfærisk kugleform. 15

Med toneren, som ifølge ovennævnte fremgangsmåde blev sfærodiseret, blev der fremkaldt elektrostatisk latente billeder ifølge CPC- og PPC-metoden for en konventionel elektrofotografisk proces og dernæst fixeret ved tryk. Da strømningsevnen for de sfærodiserede partikler var forbedret, 20 blev nuancerne af de dupligerede billeder bemærkelsesværdig forbedret. Dupligerede billeder opnået med tonerne 2 - 7 var udmærkede.

EKSEMPEL 2

25 Der blev fremstillet et plastbindemiddel af en homogeniseret blanding af 75 vægtdele mikrokrystallinsk voks med molekylvægt 580 - 850, en tæthed på 0,846g/cm³ og et smeltepunkt på 220 °C og 25 dele af et ethylen-vinylacetat-copolymer med et vinylacetat-indhold på 25 vægt-% og en tæthed på 0,95 g/cm³ i en sædvanlig blander ved en temperatur mellem 120 og 140 °C. Derpå blev tre forskellige blandinger af magnetisk toner som angivet i tabel II opnået 30

5 ved tilsætning af forskellige mængder kønrøg til plastbindemidlet, og hvert blev homogent blandet i en gummi-valsemølle mellem 140 og 170 °C, hvorpå der til sidst blev tilsat magnetit (Fe_3O_4) og blandet homogent i den samme gummi-valsemølle.

TABEL 2

Sammensætning	Prøve nr.		
	8	9	10
Kønrøg (vægt-%)	10	13	15
Plastbinder (vægt-%)	50	47	45
Magnetit (vægt-%)	40	40	40

10 Hver af blandingerne blev formalet først i en konventionel pulverisator til partikelstørrelsen på for det meste 1 mm i diameter og dernæst i en konventionel kuglemølle til et fint pulver, i hvilket kønrøg partiklerne blev blandet homogent. Så blev hvert pulver klassificeret i et konventionelt klassificeringsapparat. Det klassificerede pulver blev sfærodiseret, og den specifikke modstand af det sfærodiserede pulver blev målt ved samme metode som i eksempel 1.

15 Den specifikke modstand af prøve nr. 8 var $3 \cdot 10^3 \Omega \cdot \text{cm}$ i et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 V/cm og $1,3 \Omega \cdot \text{cm}$ i et elektrisk jævnspændingsfelt på 1000 V/cm, og den specifikke modstand af prøve nr. 10 var $2 \cdot 10^3 \Omega \cdot \text{cm}$ i et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 V/cm og $9 \cdot 10^2 \Omega \cdot \text{cm}$ i et elektrisk jævnspændingsfelt på 1000 V/cm. Vægtfylden af de sfærodiserede pulvere målt ved samme metode som i eksempel 1 var 1,50

20 (nr. 8), 1,53 (nr. 9) og 1,57 (nr. 10).

Til de magnetiske tonere (sfærodiserede pulvere) blev til-

ført omkring 0,1 - 1,0 vægt-% fint pulveriseret kisel-
syreanhydrid til forbedring af strømningsevnen. Med to-
nerne blev fremkaldt elektrostatisk latente billeder og
fixeret i overensstemmelse med konventionelle elektrofo-
tografiske processer. De dupliserede billeder med hver af
5 tonerne var gode, især med hensyn til billedtæthed og bil-
ledernes jævnhed.

EKSEMPEL 3

Et plastbindemiddel blev opnået ved en homogen blanding af
10 5 vægtdele af et polyethylen med en tæthed på 0,92, 3 dele
β-pinenformstof (terpentermoplastisk formstof af β-pinen)
med en tæthed på 0,97 og 2 dele epoxyformstof med en mole-
kylvægt på 900 og en epoxyækvivalent på 450 - 500 i en sæd-
vanlig blander ved en temperatur imellem 130 og 150 °C. Der-
15 på blev 5 forskellige blandinger af toner angivet i tabel
3 fremstillet ved tilsætning af forskellige mængder kønrøg
som farvemateriale og elektrisk ledende partikler som
plastbindemiddel og endelig homogen blanding i en gummi-
valsemølle ved en temperatur imellem 140 og 170 °C, idet
20 der stadig tilførtes magnetit (Fe_3O_4), som blev blandet
homogent i den samme gummi-valsemølle ved en temperatur
imellem 140 og 190 °C.

I nedenstående tabel er prøve nr. 15 anført som sammenlignings-
eksempel.

TABEL III

<u>Sammensætning</u>	<u>Prøve nr.</u>				
	11	12	13	14	15
Kønrøg (vægt-%)	15	20	25	30	35
Plastbinder (vægt-%)	55	50	45	40	35
Magnetit (vægt-%)	30	30	30	30	30

Med hver blanding blev toneren opnået ved formaling, klassificering og sfærodisering på samme måde som i eksempel 2.

5 Så blev den specifikke modstand af de magnetiske fremkalderpulvere målt. Den specifikke modstand af nr. 11 var $2 \cdot 10^3 \Omega \cdot \text{cm}$ i et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 V/cm og $9 \cdot 10^2 \Omega \cdot \text{cm}$ i et elektrisk jævnspændingsfelt på 1000 V/cm; pulveret fra prøve nr. 14 var $1 \cdot 10^3 \Omega \cdot \text{cm}$ i et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 V/cm og $7 \cdot 10^2 \Omega \cdot \text{cm}$ i et elektrisk jævnspændingsfelt på 1000 V/cm. Vægtfylden af prøverne nr. 11, 12, 13 og 14 var henholdsvis 1,45, 1,52, 1,58 og 1,65.

15 Med hver toner, hvortil ringe mængder fint pulveriseret kiselsyreanhydrid blev tilført, blev fremkaldt elektrostatisk latente billeder og fixeret ved samme metode som i eksempel 2. De dupliserede billeder med tonerne (prøve nr. 11, 12, 13 og 14) var udmærket i billedtæthed, kontrastforhold og billedjævnhed. På den anden side var dupliserede billeder med toner (prøve nr. 15) ringe med hen-
20 syn til befæstigelsesegenskaber.

EKSEMPEL 4

En blanding af 38 vægtdele af et polystyrolformstof og 7 dele kønrøg blev blandet homogent i en sædvanlig gummivalsemølle ved en temperatur imellem 130 og 150 °C; blandingen blev derpå tilført 55 dele magnetit (Fe_3O_4), hvorpå den endnu en gang blev homogent blandet i samme gummivalsemølle. Af blandingen blev en toner fremstillet ved formaling, klassificering og sfærodisering ved samme metode som i eksempel 2. Derpå blev modstanden samt den specifikke vægt af toneren bestemt; modstanden androg $2 \cdot 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ ved et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 V/cm og $2 \cdot 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ ved et elektrisk jævnspændingsfelt på 1000 V/cm;

den specifikke vægt var 2,01 g/ml.

De ved anvendelsen af disse tonere ved sædvanlige elektrofotografiske fremgangsmåder opnåede kopier havde udmærket billedtæthed og opløsning.

5 EKSEMPEL 5

10 En blanding af 50 vægtdele af et biphenyl-A-epoxyformstof og 15 vægtdele kønrøg blev homogent blandet i en sædvanlig gummi-valsemølle ved en temperatur imellem 140 og 160 °C; blandingen blev tilsat 35 dele MnO-ZnO-Fe₂O₃-ferritpulver (Mn-Zn-ferrit), som derpå blev homogeniseret endnu en gang i samme gummi-valsemølle.

15 Af denne blanding blev fremstillet en toner ifølge opfindelsen ved formaling, klassificering og sfærodisering ifølge samme fremgangsmåde som i eksempel 2. Derpå blev modstanden samt den specifikke vægt af toneren målt; modstanden androg $8 \cdot 10^2 \Omega \cdot \text{cm}$ ved et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 V/cm og $2 \cdot 10^2 \Omega \cdot \text{cm}$ ved et elektrisk jævnspændingsfelt på 1000 V/cm; den specifikke vægt var 1,76 g/ml.

20 Med denne toner blev elektrostatisk latente billeder fremkaldt og fixeret ved en konventionel elektrofotografisk proces. Opløsnings- og fixeringsegenskaberne ved de fremstillede kopier var gode.

EKSEMPEL 6

25 En blanding af 35 vægtdele af et acrylnitril-styrol-copolymer og 5 vægtdele fint pulveriseret nikkel som elektrisk ledende partikler blev homogent blandet i en sædvanlig gummi-valsemølle ved en temperatur mellem 120 og 140 °C. 60 dele magnetit blev derpå gradvist tilsat blandingen, som derpå blev endnu en gang homogent blandet i
30 samme gummi-valsemølle.

Af denne blanding blev en toner ifølge opfindelsen fremstillet ved formaling, klassificering og sfærodisering ved samme fremgangsmåde som i eksempel 2.

5 Modstanden samt den specifikke vægt blev derpå bestemt; modstanden androg $3 \cdot 10^3 \Omega \cdot \text{cm}$ ved et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 V/cm og $50 \Omega \cdot \text{cm}$ ved et elektrisk jævnspændingsfelt på 1000 V/cm; tætheden var 2,23 g/ml.

10 Med denne toner blev elektrostatisk latente billeder fremkaldt og fixeret ved en konventionel elektrofotografisk proces. Opløsnings- og fixeringsegenskaberne ved de fremstillede kopier var gode og tilfredsstillende kravet til disse egenskaber.

P a t e n t k r a v :

- 15 1. Toner til elektrofotografisk fremkalder, hvilken toner i et bindemiddel indeholder magnetiske og elektrisk ledende partikler, k e n d e t e g n e t ved, at den indeholder 2 - 30 vægt-% elektrisk ledende partikler, at såvel de magnetiske som de elektrisk ledende partikler er ensartet fordelt i toneren, hvis partikler er i det væsentlige kugleformede, og at tonerens elektriske modstand ved 20 et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 V/cm andrager $10^2 - 10^{11}$ ohm·cm, og et elektrisk jævnspændingsfelt på 1000 V/cm andrager $10^1 - 10^9$ ohm·cm.
- 25 2. Toner ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at den indeholder 4 - 20 vægt-% elektrisk ledende partikler.
3. Toner ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at tonerdelene har en størrelse i området 1 - 100 μm .
4. Toner ifølge krav 3, k e n d e t e g n e t ved, at tonerdelene har en størrelse i området 5 - 40 μm .

5. Toner ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at den indeholder 30 - 60 vægt-% plast-bindemiddel af termoplastisk formstof, termohærdende formstof, naturligt formstof, oligomer eller deres blanding, 35 - 65 vægt-% magnetiske partikler med en partikelstørrelse i området 0,1 - 1 μ m af metal, legering eller uorganisk oxid, og elektrisk ledende partikler med en partikelstørrelse i området 10 - 40 μ m af kønrøg, metal eller legering.
6. Toner ifølge krav 5, k e n d e t e g n e t ved, at den indeholder 40 - 55 vægt-% plast-bindemiddel.
7. Toner ifølge krav 5, k e n d e t e g n e t ved, at den indeholder 40 - 60 vægt-% magnetiske partikler.
8. Toner ifølge krav 5, k e n d e t e g n e t ved, at den elektriske modstand ved et elektrisk jævnspændingsfelt på 100 V/cm andrager $10^6 - 10^{11}$ ohm·cm og ved et elektrisk jævnspændingsfelt på 1000 V/cm andrager $10^4 - 10^9$ ohm·cm.
9. Toner ifølge krav 7, k e n d e t e g n e t ved 40 - 60 vægt-% magnetit samt 4 - 20 vægt-% kønrøg.
10. Toner ifølge krav 9, k e n d e t e g n e t ved, at vægtfylden er i området 1,4 - 2,3 g/ml.
11. Toner ifølge krav 9, k e n d e t e g n e t ved, at den indeholder indtil 1,0 vægt-% siliciumdioxid eller kiseltsyre som smøremiddel.

Fremdragne publikationer:

DK fremlæggelsesskrift nr. 130938 (patent nr. 130938)
DE 2431200 A 1.