

(19) 日本国特許庁 (JP) (12) 特 許 公 報 (B2) (11) 特許番号  
特許第5782396号  
(P5782396)  
(45) 発行日 平成27年9月24日 (2015. 9. 24) (24) 登録日 平成27年7月24日 (2015. 7. 24)

(51) Int. Cl. F I  
G O 3 G 9 / 0 8 7 ( 2 0 0 6 . 0 1 ) G O 3 G 9 / 0 8 3 8 1

請求項の数 6 (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2012-42531 (P2012-42531)	(73) 特許権者	596170170
(22) 出願日	平成24年2月28日 (2012. 2. 28)		ゼロックス コーポレイション
(65) 公開番号	特開2012-198518 (P2012-198518A)		XEROX CORPORATION
(43) 公開日	平成24年10月18日 (2012. 10. 18)		アメリカ合衆国、コネチカット州 068
審査請求日	平成27年2月26日 (2015. 2. 26)		56、ノーウォーク、ビーオーボックス
(31) 優先権主張番号	13/069, 180		4505、グローバー・アヴェニュー 4
(32) 優先日	平成23年3月22日 (2011. 3. 22)		5
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	110001210
早期審査対象出願			特許業務法人 Y K I 国際特許事務所
		(72) 発明者	ツェン・ライ
			アメリカ合衆国 ニューヨーク州 145
			80 ウェブスター ホワイトスパイア・
			レーン 24
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 トナー粒子を洗浄する方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

トナー粒子を洗浄する方法であって、  
(a) 複数の前記トナー粒子を含むスラリーと、イミダゾリウム、ピラゾリウム、ピリジニウム、ピリミジニウム、ピラジニウム、テトラ - アルキルアンモニウム、またはテトラ - アルキルホスホニウムカチオンを含む第 1 のイオン性液体 ( I L ) とを接触させることと、  
(b) 前記スラリー中の液体を除去し、第 1 の濡れたケーキを作成することと、  
(c) 前記第 1 の濡れたケーキを水または水系溶液と接触させることと、  
(d) 前記水または水系溶液を除去し、トナー粒子の乾燥した塊を作成することと、を  
含む、方法。

10

【請求項 2】

前記 ( c ) が、  
(c1) 前記第 1 の濡れたケーキを、水または水系溶液を含む分散溶液に分散させ、前記分散溶液が第 2 の I L を含むことと、  
(c2) 前記分散溶液を除去し、第 2 の濡れたケーキを作成することと、  
(c3) 前記第 2 の濡れたケーキを水または水系溶液と接触させることとを含む工程である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記第 2 の I L が、イミダゾリウム、ピラゾリウム、ピリジニウム、ピリミジニウム、

20

ピラジニウム、テトラ - アルキルアンモニウム、またはテトラ - アルキルホスホニウムカチオンを含む、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記第 1 の I L が、1 - ( 4 - スルホブチル ) - 3 - メチルイミダゾリウム硫酸水素塩である、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 5】

前記第 1 の I L と前記第 2 の I L が同じである、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 6】

前記第 1 の I L が、前記第 2 の I L と異なる、請求項 2 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

10

【技術分野】

【0001】

例えば、低融点トナーのようなトナー、例えば、乳化重合 ( E A ) トナーを製造するために、イオン性液体 ( I L ) を洗浄補助剤として用いる洗浄プロセスが開示されており、I L を用いてトナーを作成する方法およびこれらの使用から得られるトナー生成物を含む。

【背景技術】

【0002】

トナー製造プロセスでは、凝集および融着の間、トナー粒子に安定性を付与することに加え、例えば、反応工程を促進するため、中間体に望ましい性質を付与するため、反応収率を上げるため、粒子の大きさおよび形状を制御するために、種々の界面活性剤、イオンおよび他の添加剤を使用することが多い。

20

【0003】

トナーの摩擦電荷、トナーの流動性およびその他の性質は、部分的には、トナーの表面特性に依存し、トナーの表面特性は、例えば、トナーの表面電荷および電荷容量に寄与するか、またはトナーの表面電荷および電荷容量を決めることがある。

【0004】

界面活性剤およびイオンによって、トナーの電荷が失われることがある。また、界面活性剤は、耐環境性を付与することがある。したがって、表面にある界面活性剤およびイオンは、高温および / または高湿でトナーに悪影響を及ぼすことがあり、例えば、トナーの安定な現像および十分な転写を妨害する。それに加えて、トナー表面が汚染されると、トナーの流動性および / または保護性能が低下することがあり、その結果、トナーの性質および製品の一貫性が低下することがある。

30

【0005】

イオン性液体 ( I L ) は、融点が例えば 100 以下であってもよい有機塩である。例えば、水やガソリンのような通常の液体は、大部分が電氣的に中性の分子から作られているが、I L は、主にイオンおよび寿命の短いイオン対からつくられている。また、I L は、液体電解質、イオン性融液、イオン性流体、溶融塩、液体塩またはイオン性ガラスとしても知られている。一般的に、I L は、限定されないが、非揮発性、難燃性、導電性、高選択的な溶解度を含め、固有の性質を併せもっている。I L の中には、例えば、比較的毒性が低い、および / または易分解性であるといった、環境に対する悪影響が少ないものがある。このような特徴的な性質によって、I L は、例えば、有機化学、電気化学、触媒、物理化学および工学のような分野で魅力的な代替物質である。

40

【0006】

トナー表面から汚染物質を除去するために、水を用いた洗浄プロトコルが用いられてきた ( 例えば、米国特許第 7 , 439 , 004 号を参照されたい ) 。このようなプロトコルは、大量の水を必要とし、複数回の洗浄工程と、長いサイクル時間を必要とする。しかし、水相および浅在性の粒子表面から界面活性剤 / イオンを除去することはできるが、浅在層よりも下または内部にある結合した汚染物質は残ったままになり、汚染物質が、トナーの性能に重大な影響を与えることがある。

50

## 【 0 0 0 7 】

したがって、環境やトナー粒子表面に悪い影響を及ぼしかねない界面活性剤、イオンなどを制御し、同時に、E A トナーを製造するときに水の使用料が少なくなるなど、環境に及ぼす影響を減らすために、トナー製造プロセスに何らかの補助手段を組み込むことが望ましい。簡単に分解しやすいというI Lの固有の性質によって、多機能で、有効で、経済的かつ安全なトナー洗浄プロトコルが得られる。

## 【 発明の概要 】

## 【 0 0 0 8 】

本開示は、トナー（例えば、低融点トナー）を製造するために、イオン性液体（I L）を洗浄補助剤として用いる洗浄方法を提供する。本明細書に記載のI Lは、トナー粒子表面を膨潤させることができ、表面に吸着し、表面層の表面および内部に吸収された界面活性剤および他の製造反応物質（イオンを含む）を、効率よく除去することができる。ここに記載したプロセスによって、部分的に、良好な帯電性、電荷維持性、R H感受性がトナーに付与される。

10

## 【 0 0 0 9 】

一実施形態では、複数のトナー粒子を含有するスラリーを第1のイオン性液体（I L）と接触させることと、スラリー中の液体を除去し、第1の濡れたトナーケーキを作成することと、場合により、第1の濡れたトナーケーキを、水または水系溶液を含む分散溶液に分散させ、第2のI Lを使用する場合には、この分散溶液に第2のI Lが含まれることと、分散溶液を除去し、第2の濡れたトナーケーキを作成することと、第1の濡れたトナーケーキまたは第2の濡れたトナーケーキを水または水系溶液と接触させることと、この水または水系溶液を除去して乾燥した塊を作成し、この乾燥した塊は、I Lが接触した複数のトナー粒子を含む、複数のトナー粒子を処理する方法が開示され、この処理工程は、トナー粒子の浅在層から界面活性剤およびイオンを除去する。いくつかの実施形態では、I Lは、トナー粒子の表面を膨潤させる。

20

## 【 0 0 1 0 】

いくつかの実施形態では、I Lを含む1種類の洗浄液を使用する。いくつかの実施形態では、第1のI Lと第2のI Lは同じである。いくつかの実施形態では、第1のI Lは、第2のI Lと異なっている。いくつかの実施形態では、I Lは、イミダゾリウム、ピラゾリウム、ピリジニウム、ピリミジニウム、ピラジニウム、テトラ - アルキルアンモニウムまたはテトラ - アルキルホスホニウムカチオンを含む。いくつかの実施形態では、I Lは、1 - ( 4 - スルホブチル ) - 3 - メチルイミダゾリウム硫酸水素塩である。

30

## 【 0 0 1 1 】

いくつかの実施形態では、トナー粒子は、既知の方法によって得られ、I Lで洗浄したトナー粒子の浅在層または表面層の内部または表面にある界面活性剤、添加剤および/またはイオンの濃度は、I Lを用いずに処理したトナー粒子、または水または水系溶液のみで洗浄したトナー粒子と比較して、小さくなっている。いくつかの実施形態では、I Lで洗浄したトナー粒子の摩擦電荷は、I Lを用いずに処理されたトナー粒子と比較して、大きい。いくつかの実施形態では、I Lで洗浄したトナー粒子のA ( t ) 値（帯電能）は、I Lを用いずに処理されたトナー粒子と比較して、大きい。いくつかの実施形態では、I Lで洗浄したトナーのT<sub>g</sub>、レオロジーおよび/またはメルトフローインデックス（MFI）は、水のみで洗浄したトナー粒子と比較して、変わらないか、向上しているか、または高まっている。

40

## 【 発明を実施するための形態 】

## 【 0 0 1 2 】

本発明を活用するために、「約」は、述べられている値または平均値について、20%以下の変動があることを示すことを意味している。

## 【 0 0 1 3 】

I Lは、非イオン性の分子であることが多い従来の有機溶媒または水系溶媒とは対照的に、イオン種から構成されている溶媒である。I Lは、通常の揮発性または毒性の高い有

50

機化合物に代わる、環境に優しい試薬または溶媒となる。イオン性液体は、有機カチオンを含んでいてもよく、例えば、限定されないが、イミダゾール、ピラゾール、チアゾール、イソチアゾール、アザチオゾール、オキソチアゾール、オキサジン、オキサゾリン、オキサアザボロール、ジチオゾール、トリアゾール、セレノゾール、オキサホスホール、ピロール、ボロール、フラン、チオフエン、ホスホール、ペンタゾール、インドール、インドリン、オキサゾール、イソオキサゾール、イソトリアゾール、テトラゾール、ベンゾフラン、ジベンゾフラン、ベンゾチオフエン、ジベンゾチオフエン、チアジアゾール、ピリジン、ピリミジン、ピラジン、ピリダジン、ピペラジン、ピペリジン、モルホロン、ピラン、アノリン、フタラジン、キナゾリン、キノキサリン、およびこれらの組み合わせを含む化合物のアルキル化によって作られる有機カチオンを含んでいてもよい。

10

#### 【0014】

ILのアニオン部分は、無機部分または有機部分で構成されていてもよく、ハロゲン、 $BX_4^-$ 、 $PF_6^-$ 、 $AsF_6^-$ 、 $SbF_6^-$ 、 $NO_2^-$ 、 $NO_3^-$ 、 $SO_4^{2-}$ 、 $BR_4^-$ 、置換または非置換のカルボラン、置換または非置換のメタロカルボラン、ホスフェート、ホスファイト、ポリオキソメタレート、置換または非置換のカルボキシレート、トリフラートおよび非配位性アニオンを含んでいてもよく、Xは、ハロゲンであり、Rとしては、限定されないが、水素、アルキル、置換アルキル、シクロアルキル、置換シクロアルキル、ヘテロアルキル、ヘテロシクロアルキル、置換ヘテロシクロアルキル、アリール、置換アリール、ヘテロアリール、置換ヘテロアリール、アルコキシ、アリールオキシ、アシル、シリル、ボリル、ホスフィノ、アミノ、チオ、セレノ、およびこれらの組み合わせが挙げられる。カチオンとアニオンの組み合わせを変えることによって、目的の洗浄/汚染物質除去プロセスを最適化するようにILを制御することができる。

20

#### 【0015】

ILは、ILが塩であり、非イオン性の溶媒分子ではないため、従来の水系溶媒および有機溶媒よりも複雑な溶媒挙動を示す。ILと溶質との相互作用の種類としては、分散、 $\pi$ - $\pi$ 、 $n$ - $\pi$ 、水素結合、双極子およびイオン/電荷-電荷が挙げられる。

#### 【0016】

一実施形態では、カチオンは、有機化合物から誘導されてもよい。有機化合物は、脂肪族または環状であってもよく、脂肪族であり環状であってもよい。ヘテロ環基の例としては、限定されないが、イミダゾール、ピラゾール、チアゾール、イソチアゾール、アザチオゾール、オキソチアゾール、オキサジン、オキサゾリン、オキサアザボロール、ジチオゾール、トリアゾール、セレノゾール、オキサホスホール、ピロール、ボロール、フラン、チオフエン、ホスホール、ペンタゾール、インドール、インドリン、オキサゾール、イソオキサゾール、イソトリアゾール、テトラゾール、ベンゾフラン、ジベンゾフラン、ベンゾチオフエン、ジベンゾチオフエン、チアジアゾール、ピリジン、ピリミジン、ピラジン、ピリダジン、ピペラジン、ピペリジン、モルホロン、ピラン、アノリン、フタラジン、キナゾリン、キノキサリン、キノリン、ピロリジン、イソキノリン、およびこれらの組み合わせが挙げられる。

30

#### 【0017】

イオン性液体のアニオン部分は、例えば、ハロゲン、 $BX_4^-$ 、 $PF_6^-$ 、 $AsF_6^-$ 、 $SbF_6^-$ 、 $NO_2^-$ 、 $NO_3^-$ 、 $SO_4^{2-}$ 、 $BR_4^-$ 、置換または非置換のカルボラン、置換または非置換のメタロカルボラン、ホスフェート、ホスファイト、ポリオキソメタレート、置換または非置換のカルボキシレート、トリフラート、非配位性アニオンのうち、少なくとも1つの基を含んでいてもよく、Xは、ハロゲンであり、Rは、水素、アルキル、置換アルキル、シクロアルキル、置換シクロアルキル、ヘテロアルキル、ヘテロシクロアルキル、置換ヘテロシクロアルキル、アリール、置換アリール、ヘテロアリール、置換ヘテロアリール、アルコキシ、アリールオキシ、アシル、シリル、ボリル、ホスフィノ、アミノ、チオ、セレノ、およびこれらの組み合わせからなる群から選択される少なくとも1つの要素である。

40

#### 【0018】

50

一実施形態では、ILは、市販されている1-(4-スルホブチル)-3-メチルイミダゾリウム硫酸水素塩である(Solvionic Inc.)。

【0019】

本開示のラテックスエマルションを作成する際に、任意の樹脂を利用してもよい。いくつかの実施形態では、樹脂は、ポリエステル樹脂であってもよい。いくつかの実施形態では、樹脂は、アモルファス樹脂、結晶性樹脂、および/またはこれらの組み合わせを含んでもよい。

【0020】

いくつかの実施形態では、トナー粒子は、アクリレート、スチレン、スチレンアクリレート、スチレンメタクリレート、ブタジエン、イソプレン、アクリロニトリル、アクリル酸、メタクリル酸など、またはこれらの組み合わせを含んでもよい。

10

【0021】

いくつかの実施形態では、樹脂は、任意要素の触媒が存在する状態で、ジオールと二酸とを反応させることによって作成されるポリエステル樹脂であってもよい。ジオールは、例えば、樹脂の約40～約60モル%、約42～約55モル%、約45～約53モル%の量で選択されてもよく、第2のジオールは、樹脂の約0.1～約10モル%、約1～約4モル%の量で選択されてもよい。

【0022】

結晶性樹脂を調製するために選択される有機二酸またはジエステル(ビニル二酸またはビニルジエステルを含む)の例としては、例えば、樹脂の約40～約60モル%、約42～約52モル%、約45～約50モル%の量で選択されるシュウ酸、コハク酸などの有機酸が挙げられ、第2の二酸は、樹脂の約0.1～約10モル%の量で選択されてもよい。

20

【0023】

結晶性樹脂の例としては、ポリエステル、ポリアミド、ポリイミド、ポリオレフィン、ポリエチレン、ポリブチレン、ポリイソブチレート、エチレン-プロピレンコポリマー、エチレン-酢酸ビニルコポリマー、ポリプロピレン、これらの混合物などが挙げられる。

【0024】

結晶性樹脂は、例えば、トナー成分の約1～約50重量%、または約5～約35重量%の量で存在していてもよい。結晶性樹脂は、種々の融点を有していてもよく、例えば、約30～約120、または約50～約90の融点を有していてもよい。結晶性樹脂は、数平均分子量( $M_n$ )が、ゲル透過クロマトグラフィー(GPC)で測定する場合、例えば、約1,000～約50,000、約2,000～約25,000であってもよく、重量平均分子量( $M_w$ )は、例えば、ポリスチレン標準によってGPCで測定する場合、例えば、約2,000～約100,000、約3,000～約80,000であってもよい。結晶性樹脂の分子量分布( $M_w/M_n$ )は、例えば、約2～約6、または約3～約4であってもよい。

30

【0025】

アモルファスポリエステルを作成する際に利用可能なジオールの例としては、1,2-プロパンジオール、1,3-プロパンジオール、1,2-ブタンジオール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、ペンタンジオール、ヘキサジオール、2,2-ジメチルプロパンジオール、2,2,3-トリメチルヘキサジオール、ヘプタンジオール、ドデカンジオール、ビス(ヒドロキシエチル)-ビスフェノールA、ビス(2-ヒドロキシプロピル)-ビスフェノールA、1,4-シクロヘキサジメタノール、1,3-シクロヘキサジメタノール、キシレンジメタノール、シクロヘキサジオール、ジエチレングリコール、ビス(2-ヒドロキシエチル)オキシド、ジプロピレングリコール、ジブチレン、およびこれらの組み合わせが挙げられる。選択される有機ジオールの量は変わってもよく、例えば、樹脂の約40～約60モル%、約42～約55モル%、約45～約53モル%の量で存在していてもよい。

40

【0026】

結晶性ポリエステルまたはアモルファスポリエステルのいずれかを作成する際に利用可

50

能な重縮合触媒としては、ポリエステル樹脂を作成するために用いられる出発物質の二酸またはジエステルを基準として、例えば、約 0.01 モル% ~ 約 5 モル% の量のチタン酸テトラアルキル、ジアルキルスズオキシド、テトラアルキルスズ（例えば、ジブチルスズジラウレート）、ジアルキルスズオキシド水酸化物、アルミニウムアルコキシド、またはこれらの組み合わせが挙げられる。

#### 【0027】

いくつかの実施形態では、不飽和アモルファスポリエステル樹脂をラテックス樹脂として利用してもよい。不飽和アモルファスポリエステル樹脂としては、限定されないが、ポリ（プロポキシ化ビスフェノールコ-フマレート）、ポリ（エトキシ化ビスフェノールコ-フマレート）、ポリ（ブチルオキシ化ビスフェノールコ-フマレート）、ポリ（コ-プロポキシ化ビスフェノールコ-エトキシ化ビスフェノールコ-フマレート）など、およびこれらの組み合わせが挙げられる。

10

#### 【0028】

樹脂として利用可能な直鎖プロポキシ化ビスフェノールAフマレート樹脂の例は、商品名 SPARII で Resana S/A Industrias Quimicas (Sao Paulo, Brazil) から入手可能であり、GTUF および FPESL-2 で花王株式会社（日本）から入手可能であり、EM181635 で Reichhold (Research Triangle Park, N.C.) から入手可能などである。

#### 【0029】

アモルファス樹脂は、例えば、トナー要素の約 30 ~ 約 90 重量%、または約 40 ~ 約 80 重量% の量で存在していてもよい。いくつかの実施形態では、ラテックス中で利用されるアモルファス樹脂またはアモルファス樹脂の組み合わせは、 $T_g$  が、約 30 ~ 約 80、または約 35 ~ 約 70 であってもよい。いくつかの実施形態では、ラテックスで利用可能な樹脂の組み合わせは、溶融粘度が、約 130 で約 10 ~ 約 1,000,000 PaS、または約 50 ~ 約 100,000 PaS であってもよい。

20

#### 【0030】

1 種類、2 種類またはそれ以上の樹脂を使用してもよい。いくつかの実施形態では、2 種類以上の樹脂を用いる場合、樹脂は、任意の適切な比率（例えば、重量比）、例えば、約 1%（第 1 の樹脂）/ 99%（第 2 の樹脂）~ 約 99%（第 1 の樹脂）/ 1%（第 2 の樹脂）、または約 10%（第 1 の樹脂）/ 90%（第 2 の樹脂）~ 約 90%（第 1 の樹脂）/ 10%（第 2 の樹脂）であってもよい。樹脂が、アモルファス樹脂と結晶性樹脂とを含む場合、これら 2 種類の樹脂の重量比は、約 99%（アモルファス樹脂）：約 1%（結晶性樹脂）~ 約 1%（アモルファス樹脂）：約 99%（結晶性樹脂）であってもよい。

30

#### 【0031】

いくつかの実施形態では、樹脂を、弱塩基または中和剤とあらかじめブレンドしてもよい。塩基は、固体であってもよく、これにより、溶液を使用する必要がない。いくつかの実施形態では、樹脂および中和剤を、同時供給プロセスによって同時に供給してもよい。

#### 【0032】

いくつかの実施形態では、中和剤を使用し、樹脂中の酸基を中和してもよく、そのため、本発明の中和剤は、「塩基性中和剤」と呼ばれることもある。適切な塩基性中和剤は、無機塩基性薬剤と有機塩基性薬剤の両方を含んでもよい。適切な塩基性薬剤としては、水酸化アンモニウム、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、水酸化リチウム、炭酸カリウム、これらの組み合わせなどが挙げられる。また、適切な塩基性薬剤は、少なくとも 1 個の窒素原子を含む単環化合物および多環化合物、例えば、二級アミンなど、およびこれらの組み合わせを含んでもよい。

40

#### 【0033】

いくつかの実施形態では、本開示にしたがって作成したエマルションは、樹脂が溶融するか、または軟化する温度、例えば、約 40 ~ 約 140、または約 60 ~ 約 100 の温度で、水（例えば、脱イオン水（DIW または ROW））を約 30% ~ 約 95% または約 30% ~ 約 60% の量で含んでもよい。

50

## 【0034】

塩基性薬剤を固体（例えば、水酸化ナトリウムフレーク）として利用してもよく、塩基性薬剤は、樹脂の約0.001重量%～約50重量%、約0.01重量%～約25重量%、または0.1重量%～約5重量%の量で存在する。

## 【0035】

上述のように、塩基性中和剤を、酸基を有する樹脂に加えてもよい。塩基性中和剤を加え、酸基を有する樹脂を含むエマルションのpHを約5～約12、または約6～約11に上げてよい。酸基を中和することによって、エマルションの形成を促進してもよい。

## 【0036】

いくつかの実施形態では、本開示のプロセスは、界面活性剤を含んでいてもよい。1種類、2種類、またはそれ以上の界面活性剤を利用してもよい。界面活性剤は、イオン系界面活性剤および非イオン系界面活性剤から選択されてもよい。アニオン性界面活性剤およびカチオン性界面活性剤は、用語「イオン系界面活性剤」に包含される。いくつかの実施形態では、界面活性剤は、合計量が樹脂の約0.01重量%～約20重量%、約0.1重量%～約16重量%、または約1重量%～約14重量%になるような量で存在する。

## 【0037】

このプロセスは、設計上の選択肢として樹脂と当該技術分野で既知の他の任意要素の試薬とを含む組成物を、場合により高温で混合し、ラテックスエマルションを作成することを含む。

## 【0038】

エマルションを作成する際に、2種類以上の樹脂を利用してもよい。ポリエステル樹脂は、アモルファス樹脂、結晶性樹脂、および/またはこれらの組み合わせであってもよい。いくつかの実施形態では、樹脂は、アモルファス樹脂であってもよく、高温は、アモルファス樹脂の $T_g$ より高い温度であってもよい。いくつかの実施形態では、樹脂は、結晶性樹脂であってもよく、高温は、結晶性樹脂の融点より高い温度であってもよい。いくつかの実施形態では、樹脂は、アモルファス樹脂と結晶性樹脂の混合物であってもよく、温度は、この混合物の $T_g$ より高い温度であってもよい。

## 【0039】

高温は、約30～約300、約50～約200、または約70～約150であってもよい。混合は、必要な場合、押出機（すなわち、ツインスクリュー式押出機）、ニーダー（例えば、Haakeミキサー）、バッチ式反応器、または粘性材料を混合することが可能な任意の他のデバイスで行ってもよい。

## 【0040】

必須ではないが、ラテックスの作成を促進するために、攪拌を利用してもよい。任意の適切な攪拌デバイスを利用してもよい。ある種の実施形態では、攪拌は、毎分約10回転（rpm）～約5,000rpm、約20rpm～約2,000rpm、または約50rpm～約1,000rpmであってもよい。攪拌は一定速度である必要はなく、変動してもよい。例えば、混合物を加熱して均一になるにつれて、攪拌速度を上げてよく、または下げてもよい。

## 【0041】

樹脂および任意要素の試薬（例えば、中和剤および界面活性剤）を混合し、必要な場合には溶融させたら、次いで、この混合物を溶媒（例えば、水）と接触させ、ラテックスエマルションを作成してもよい。水を加え、固体含有量が約5%～約50%または約10%～約40%のラテックスを作成してもよい。水温が高いと溶解プロセスが促進される場合があるが、室温程度の低温でもラテックスを作成することができる。いくつかの実施形態では、水温は、約40～約110、または約50～約100であってもよい。

## 【0042】

水と樹脂混合物の接触は、任意の適切な様式で、例えば、容器または連続した管の中で、または充填床の中で達成されてもよい。ある種の実施形態では、樹脂混合物が押出機を下に向かって移動する場合、水を、次の入口で加えてもよい。このようにすれば、油中水

10

20

30

40

50

エマルションから水中油エマルションへの遷移が徐々にかかると思われるため、物質が相分離せずに混合し続け、押出機内でのエマルション生成が最適化されるため、有益であろう。いくつかの実施形態では、入口から、あらかじめ暖めておいた脱イオン水を約40g/分～約400g/分または約100g/分～約200g/分の速度で押出機に注入してもよい。

【0043】

水系媒体に乳化した樹脂粒子は、粒径が約1500nm以下、例えば、約10nm～約1200nmまたは約30nm～約1000nmであってもよい。本開示のラテックスの粗粒子含有量は、約0.01重量%～約1重量%、または約0.1重量%～約0.5重量%であってもよい。本開示のラテックスの固体含有量は、約5重量%～約50重量%、または約30重量%～約40重量%であってもよい。

10

【0044】

乳化した後、エマルションを室温まで、例えば、約20～約25℃まで冷却してもよい。

【0045】

樹脂混合物を水と接触させ、上述のエマルションを作成したら、次いで、得られたラテックスを利用し、当業者の技術の範囲内にある任意の方法によってトナーを作成してもよい。ラテックスエマルションを、着色剤（場合により、分散物の状態で）、他の添加剤と接触させ、任意の適切なプロセスによって、例えば、凝集融着プロセスによってトナーを作成してもよい。

20

【0046】

いくつかの実施形態では、樹脂を混合して本開示のラテックスを作成する前、作成している間、または作成した後に、着色剤、ワックス、他の添加剤を含め、トナー組成物の任意要素のさらなる成分を加えてもよい。ラテックスエマルションを作成する前、作成している間、または作成した後に、さらなる成分を加えてもよい。

【0047】

種々の既知の適切な着色剤（例えば、染料、顔料、染料混合物、顔料混合物、染料と顔料の混合物など）がトナー中に含まれていてもよい。いくつかの実施形態では、着色剤は、例えば、トナーの約0.1～約35重量%、または約1～約15重量%、または約3～約10重量%の量で含まれていてもよいが、着色剤の量は、これらの範囲から外れていてもよい。

30

【0048】

場合により、トナー粒子を作成するときに、ワックスを樹脂および着色剤と合わせてもよい。ワックスは、ワックス分散剤として与えられてもよく、1種類のワックスを含んでもよく、2種類以上の異なるワックスの混合物を含んでもよい。例えば、特定のトナーの特性（例えば、トナー粒子の形状、トナー粒子表面にワックスが存在すること、およびトナー粒子表面のワックスの量、帯電特性および/または融合特性、光沢、ストリッピング、オフセットの特性など）を高めるために、1種類のワックスをトナー配合物に加えてもよい。または、トナー組成物に複数の性質を付与するために、ワックスの組み合わせを加えてもよい。

40

【0049】

ワックスが含まれる場合、ワックスは、例えば、トナー粒子の約1重量%～約25重量%、または約5重量%～約20重量%の量で存在していてもよいが、ワックスの量は、これらの範囲から外れていてもよい。

【0050】

ワックス分散物を用いる場合、ワックス分散物は、乳化凝集トナー組成物で従来から用いられている種々の任意のワックスを含んでもよい。選択されてもよいワックスとしては、例えば、平均分子量が約500～約20,000、または約1,000～約10,000のワックスが挙げられる。いくつかの実施形態では、ワックスの混合物およびワックスの組み合わせを用いてもよい。ワックスは、例えば、フューザーロール剥離剤として

50



含まれてもよい。いくつかの実施形態では、ワックスは、結晶性であってもよく、非結晶性であってもよい。

【0051】

いくつかの実施形態では、ワックスを、固形ワックスの水系エマルションの形態または水に分散した形態でトナーに組み込んでもよく、ここで、固形ワックスの粒径は、約100nm～約300nmの範囲であってもよい。

【0052】

いくつかの実施形態では、トナー粒子は、望ましい場合、または必要な場合、他の任意要素の添加剤を含んでいてもよい。例えば、トナーは、正電荷または負電荷の制御剤を、例えば、トナーの約0.1～約10重量%、例えば、約1～約3重量%の量で含んでいてもよい。

10

【0053】

流動補助添加剤を使用してもよく、このとき、添加剤は、トナー粒子表面に存在する。

【0054】

トナーの流動性、摩擦帯電性の向上、混合制御、現像および転写の安定性向上、トナーブロッキング温度を高くするために、トナー表面にシリカを塗布してもよい。相対湿度(RH)安定性、摩擦帯電性の制御、現像および転写の安定性向上のために、 $TiO_2$ を塗布してもよい。ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウム、および/またはステアリン酸マグネシウムは、場合により、潤滑特性、現像剤の導電性、摩擦帯電性の向上、トナーとキャリア粒子との接触数を増やすことによってトナーの電荷を多くし、電荷の安定性を高めるために、外部添加剤として用いられてもよい。外部表面添加剤を、コーティングとともに用いてもよく、コーティングを行わずに用いてもよい。

20

【0055】

これらの外部添加剤は、それぞれ、トナーの約0.1重量%～約5重量%、または、約0.25重量%～約3重量%の量で存在していてもよいが、添加剤の量は、これらの範囲からはずれていてもよい。関連する局面では、トナーは、例えば、約0.1重量%～約5重量%のチタニア、約0.1重量%～約8重量%のシリカ、約0.1重量%～約4重量%のステアリン酸亜鉛を含んでいてもよい。

【0056】

トナー粒子を、当業者の常識の範囲内にある任意の方法によって調製してもよい。トナー粒子製造に関連する実施形態を、乳化凝集プロセスに関して以下に記載するが、懸濁プロセスおよび乳化プロセスのような化学プロセスを含め、トナー粒子を調製する任意の適切な方法を使用してもよい。いくつかの実施形態では、トナー組成物およびトナー粒子を、小さな粒径の樹脂粒子を凝集させて適切な粒径のトナーにし、融着させ、最終的なトナー粒子の形状、粒径および形態にするような、凝集、融着プロセスによって調製してもよい。

30

【0057】

混合物を、着色剤と、場合により、ワックスまたは他の材料とを(場合により、界面活性剤を含む分散物の状態であってもよい)、エマルション(樹脂を含む2種類以上のエマルションの混合物であってもよい)に加えることによって調製してもよい。得られる混合物のpHを、酸(例えば、酢酸、硝酸など)によって調整してもよい。ある局面では、混合物のpHを約2～約5に調整してもよい。さらに、混合物を均質化してもよい。混合物を均質化する場合、均質化は、約600～約6,000rpmで混合することによって達成してもよい。均質化は、例えば、IKA ULTRA TURRAX T50プローブホモジナイザを含む任意の適切な手段によって達成してもよい。

40

【0058】

上述の混合物を調製した後、この混合物に凝集剤を加えてもよい。任意の適切な凝集剤を利用してトナーを作ってもよい。適切な凝集剤としては、例えば、二価カチオン材料または多価カチオン材料の水溶液が挙げられる。いくつかの実施形態では、樹脂のTgより低い温度で、この混合物に凝集剤を加えてもよい。

50

## 【 0 0 5 9 】

有機カチオン凝集剤の適切な例としては、例えば、上述のカチオン性界面活性剤が挙げられる。

## 【 0 0 6 0 】

凝集剤が多価イオン凝集剤である場合、凝集剤には、任意の所望な数の多価イオン原子が存在していてもよい。例えば、適切なポリアルミニウム化合物は、約 2 ～ 約 1 3 個、または約 3 ～ 約 8 個のアルミニウムイオンを有している。

## 【 0 0 6 1 】

凝集剤を、例えば、混合物中の樹脂の約 0 . 1 重量 % ～ 約 1 0 重量 %、約 0 . 2 重量 % ～ 約 8 重量 %、または約 0 . 5 重量 % ～ 約 5 重量 % の量で使用してもよい。

10

## 【 0 0 6 2 】

所定の望ましい粒径が得られるまで、粒子を凝集させてもよい。成長プロセス中にサンプルを採取し、例えば、C o u l t e r C o u n t e r を用い、平均粒径を分析してもよい。このように、高温に維持するか、または、例えば約 4 0 ～ 約 1 0 0 の温度までゆっくりと上げ、この温度で、攪拌しつつ、混合物を約 0 . 5 時間 ～ 約 6 時間、または約 1 時間 ～ 約 5 時間保持することによって凝集を進め、凝集した粒子を得てもよい。所定の望ましい粒径に達したら、成長プロセスを止める。

## 【 0 0 6 3 】

凝集剤を加えた後、粒子の成長および成形を任意の適切な条件下で行ってもよい。例えば、成長および成形を、凝集が融着とは別個に起こる条件で行ってもよい。凝集段階および融着段階を別個に行うために、例えば、約 4 0 ～ 約 9 0 、または約 4 5 ～ 約 8 0 の高温で、剪断条件で行ってもよく、この温度は、例えば、上述のような樹脂の  $T_g$  より低い温度であってもよい。

20

## 【 0 0 6 4 】

トナー粒子の望ましい最終粒径が達成されたら、混合物の pH を、塩基を用いて約 3 ～ 約 1 0、または約 5 ～ 約 9 の pH に調節してもよい。トナーの成長を凍結させる（すなわち、停止する）ために pH の調節を利用してもよい。トナーの成長を止めるのに利用される塩基としては、任意の適切な塩基、例えば、アルカリ金属水酸化物（例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化アンモニウム、これらの組み合わせなど）を挙げることができる。関連する局面では、pH を上述の所望な値に調節しやすくするために、エチレンジアミン四酢酸（EDTA）を加えてもよい。

30

## 【 0 0 6 5 】

いくつかの実施形態では、凝集が終わってから融着の前に、凝集した粒子に樹脂をコーティングし、粒子表面にシェルを形成させてもよい。上述の任意の樹脂または当該技術分野で既知の任意の樹脂をシェルとして利用してもよい。いくつかの実施形態では、上述のアモルファスポリエステル樹脂がシェルに含まれていてもよい。いくつかの実施形態では、アモルファスポリエステル樹脂を、異なる樹脂と組み合わせ、次いで、樹脂コーティングとして粒子に加え、シェルを形成させてもよい。

## 【 0 0 6 6 】

いくつかの実施形態では、上述の結晶性ポリエステル樹脂または当該技術分野で既知の結晶性ポリエステル樹脂を使用し、シェルを作成してもよい。いくつかの実施形態では、結晶性樹脂を、異なる樹脂と組み合わせ利用してもよい。複数の樹脂を任意の適切な量で利用してもよく、例えば、第 1 のアモルファスポリエステル樹脂は、シェルの樹脂合計の約 2 0 重量 % ～ 約 1 0 0 重量 %、または約 3 0 重量 % ～ 約 9 0 重量 % の量で存在していてもよい。したがって、第 2 の樹脂は、シェル樹脂中に、シェルの樹脂合計の約 0 . 1 重量 % ～ 約 8 0 重量 %、または約 1 0 重量 % ～ 約 7 0 重量 % の量で存在していてもよい。

40

## 【 0 0 6 7 】

シェルの樹脂を、当業者の常識の範囲内にある任意の方法によって、凝集した粒子に塗布してもよい。いくつかの実施形態では、シェルを形成させるのに利用される樹脂は、任意の望ましい添加剤を含むエマルションの状態であってもよい。

50

## 【 0 0 6 8 】

凝集した粒子表面でのシェルの形成は、約 3 0 ～ 約 8 0 、または約 3 5 ～ 約 7 0 の温度に加熱しつつ行ってもよい。シェルの形成は、約 5 分～ 約 1 0 時間、または約 1 0 分～ 約 5 時間行ってもよい。

## 【 0 0 6 9 】

所望の粒径になるまで凝集させ、場合により任意のシェルの塗布した後、粒子が所望の最終形状になるまで融着させてもよく、融着は、例えば、混合物を約 4 5 ～ 約 1 0 0 、または約 5 5 ～ 約 9 9 の温度（この温度は、トナー粒子を形成させるのに利用される樹脂の  $T_g$  以上の温度であってもよい）まで加熱し、および/または、例えば、約 1 , 0 0 0 r p m から約 1 0 0 r p m まで、または約 2 0 0 r p m から約 8 0 0 r p m まで攪拌を変えることによって行われてもよい。融着は、約 0 . 0 1 ～ 約 9 時間、または約 0 . 1 ～ 約 4 時間で達成されてもよい。

10

## 【 0 0 7 0 】

凝集および/または融着の後、混合物を室温まで、例えば、約 2 0 ～ 約 2 5 まで冷却してもよい。冷却は、所望な場合、迅速であってもゆっくりであってもよい。適切な冷却方法は、反応器の周囲にあるジャケットに冷水を導入することを含んでいてもよい。冷却した後、トナー粒子を、場合により、例えば水で洗浄し、次いで乾燥してもよい。

## 【 0 0 7 1 】

本開示の種々の例示的な実施形態では、I L を加えた洗浄流体を用い、トナー粒子を洗浄する。洗浄によって、望ましくない不純物（例えば、作成プロセスからトナー粒子に残った界面活性剤および残留する金属イオン）を除去する。

20

## 【 0 0 7 2 】

トナー処理終了時で、洗浄および乾燥の前に、全体的な汚染物質（例えば、界面活性剤およびイオン）は、連続した水相に存在しており、トナー粒子表面に物理的に吸収されているか、または吸着しており、トナー粒子内部ではあるが、粒子表面に近い部分（浅在層または表面層）に含まれていてもよく、または、トナー粒子の中および内側に含まれていてもよい。したがって、本明細書に開示されている方法は、可能な限り多くの汚染物質を除去するために、洗浄補助剤として I L を用いた有効な洗浄プロセスを提供する。本開示の I L は、トナー粒子表面を膨潤させ、水で繰り返し洗浄する必要なく、表面に吸着し、浅在層の表面および内部に吸収された汚染物質を効率よく除去することができる。イオン性液体は、樹脂に可溶化するか、または溶解する活性をわずかしき有していないことが多く、理論によって束縛されることを望まないが、おそらく、I L がイオン性であり、ある種の I L が酸性である、などによるものだろう。ある事象では、I L 洗浄液は、粒子を軟化する効果があり、粒子表面から汚染物質をもっと十分に除去することができ、それによって、例えば、画像化のときに粒子の帯電性を高める。

30

## 【 0 0 7 3 】

いくつかの実施形態では、本開示の方法は、任意の適切な水平方向のフィルタプレスによって行われてもよい。関連する局面では、水平方向の濾過システム（例えば、L A R O X P R E S S U R E F I L T E R という名称で L a r o x C o r p o r a t i o n （ジェサップ、MD）、B E T H L E H E M T O W E R F I L T E R という名称で B e t h l e h e m C o r p o r a t i o n （イーストン、PA）から販売されているシステム）を用いてもよい。

40

## 【 0 0 7 4 】

洗浄し、乾燥して得られたトナー粒子を現像剤に配合し、当該分野で既知の画像形成デバイスで用いてもよい。

## 【 0 0 7 5 】

以下の実施例では、他の意味であると示されていない限り、部およびパーセントは重量基準である。本明細書で使用する場合、「室温」は、約 2 0 ～ 約 2 5 の温度を指す。

## 【 実施例 】

## 【 0 0 7 6 】

50

## (実施例 1 : E A 調製)

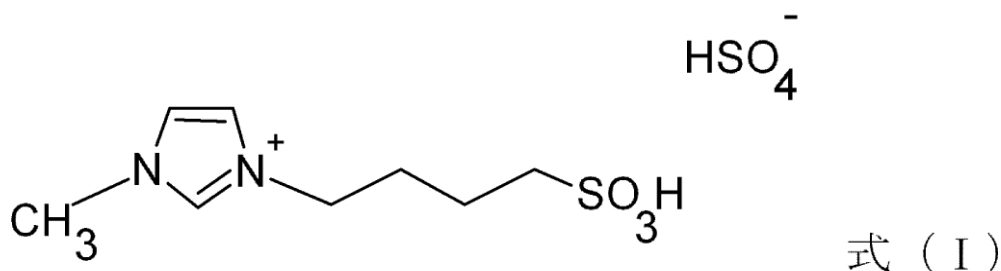
20 ガロンの反応器で、14 部の L a t e x A (固体含有量が 35 重量%の高分子量ポリエステルアモルファスラテックス)を、14 部の L a t e x B (固体含有量が 35 重量%であり、無溶媒プロセスで作られた低分子量ポリエステルアモルファスラテックス)、4.7 部の L a t e x C (固体含有量が 30 重量%の結晶性ポリエステルラテックス)、5.8 部のワックス (固体含有量が 30 重量%、乾燥顔料の量に基づいて、T a y c a 界面活性剤を 2.5 p p h 含む)、6.7 部のシアン 15 : 3 顔料 (固体含有量が 17 重量%であり、乾燥顔料の量に基づいて、T a y c a 界面活性剤を 7 パーツパーハンドレッド (p p h) 含む)、47 部の脱イオン水 (D I) と合わせた。この溶液に、0.3 M  $\text{HNO}_3$  を用いて pH を約 3.2 に調節した。10% (重量基準) の硫酸アルミニウム水溶液 1 部を、2,000 r p m で 5 分間均質化 (撹拌) しながら加えた。次いで、反応物を約 50 r p m で撹拌し、約 48 まで加熱し、トナー粒子を凝集させた。トナー粒子の粒径が 5.0  $\mu\text{m}$  に達したら、7.6 部の L a t e x A、7.6 部の L a t e x B、0.1 部の D O W F A X 界面活性剤、100 部の D I で構成されるシェルコーティングを加えた。反応物を 50 まで加熱した。トナーの粒径が 5.8  $\mu\text{m}$  に達したら、N a O H を用いて pH を 5.0 に調節した。次いで、反応器の r p m を 45 r p m まで下げた後、0.7 部の E D T A V e r s e n e 100 を加えた。次いで、pH を 7.5 に調節して維持し、トナーを 85 (すなわち、融着温度) まで加熱した。融着温度に達したら、pH を約 7.3 まで下げ、トナーを球状化 (融着) させた。約 1.5 ~ 約 3.0 時間後に、望ましい真円度である約 0.964 が得られたら、熱交換器によって、トナーを 45 より低い温度まで「急冷」した。冷却した後、トナーを洗浄し (実施例 2 を参照)、次いで、含水量が約 1.2 重量%未満になるまで乾燥させた。

## 【0077】

(実施例 2 : 加えたイオン性液体を用いた動的洗浄)

酸性 I L である 1 - (4 - スルホブチル) - 3 - メチルイミダゾリウム硫酸水素塩を洗浄液中で用いた。

## 【化 1】



## 【0078】

I L は、非腐食性であり、容易に再利用可能であり、親水性である。I L は、トナー粒子表面の浅在層にある汚染物質を除去することができるように、粒子表面を膨潤させる。同時に、I L は、静電気を調整しやすくする酸としても機能させることができる。

## 【0079】

母液を除去するために、スラリーを冷却し、濡れた状態でふるい分けした後に、スラリーに水、または 0.2 重量%の 1 - (4 - スルホブチル) - 3 - メチルイミダゾリウム硫酸水素塩 (I L) を含む水を加え、40 分間混合した。次いで、スラリーを、製造業者の推奨にしたがって、L a r o x 槽へとポンプで圧送した。2 b a r で加圧した後、濾液を除去し、濡れたケーキを得た。

## 【0080】

濡れたケーキを取り出し、I L (0.2%) を含むか、または I L を含まない状態で 40 分間混合しつつ、最終的な乾燥トナーを基準として 10 倍の D I 水に分散させた。スラリーを、速度およびポンプ圧を制御しつつ L a r o x 槽へとポンプで圧送し、脱水した後に、動的洗浄のために L a r o x に 11 倍の水をポンプで圧送した。動的洗浄の後、トナ

ーケーキに 8 b a r の圧力をかけた後、6 0 0 秒間風乾した。

【 0 0 8 1 】

( 実施例 3 : 試験 )

表 1 には、I L である 1 - ( 4 - スルホブチル ) - 3 - メチルイミダゾリウム硫酸水素塩が存在する状態 ( シアントナーサンプル 1 番 )、および存在しない状態 ( 比較サンプル ) での動的洗浄方法から得られた結果をまとめている。

【表 1】

表 1. トナーの性質および性能の比較結果

トナーサンプル I D	D o w f a x ( p p m)	T a y c a ( p p m)	X P S に よる表面 N a ( %)	卓上でのトナーの摩擦電気	
				摩擦電気	A ( t )
シアントナーサンプル 1 番	3 9 6 5	4 5 0 0	0 . 4 4	5 2	5 8 4
比較サンプル	7 4 0 6	5 5 6 0	0 . 8 1	4 6	5 2 3

10

【 0 0 8 2 】

I L を加えた洗浄液は、トナーに残留する界面活性剤およびイオンを減らし、その結果、トナーの摩擦電気が大きくなった。さらに、トナーの他の性質は、 $T_g$ 、レオロジーまたはメルトフローインデックスについて、トナーサンプル間で差がないことが示されており、このことから、有害な影響を及ぼす可能性のある薬剤は残留していないことが示されている。

20

---

フロントページの続き

(72)発明者 チー・ミン・チェン

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 5 8 0 ウェブスター ホワイトスパイア・レーン 2 4

(72)発明者 シャオヤン・オウ

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 5 8 0 ウェブスター ハリス・ロード 1 2 0 8

審査官 福田 由紀

(56)参考文献 特開 2 0 0 9 - 1 5 7 0 7 9 ( J P , A )

再公表特許第 2 0 0 8 / 1 3 3 2 6 9 ( J P , A 1 )

特開 2 0 0 9 - 1 7 9 9 1 3 ( J P , A )

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

G 0 3 G 9 / 0 8