

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4148670号
(P4148670)

(45) 発行日 平成20年9月10日(2008.9.10)

(24) 登録日 平成20年7月4日(2008.7.4)

(51) Int. Cl.			F I		
C09B	67/08	(2006.01)	C09B	67/08	C
B41M	5/00	(2006.01)	B41M	5/00	E
C09C	1/00	(2006.01)	C09C	1/00	
C09C	3/10	(2006.01)	C09C	3/10	
C09D	5/03	(2006.01)	C09D	5/03	

請求項の数 9 外国語出願 (全 20 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2001-331974 (P2001-331974)	(73) 特許権者	598109501
(22) 出願日	平成13年10月30日(2001.10.30)		クラリアント・プロダクテ(ドイツ) ラント)ゲーエムベーハー
(65) 公開番号	特開2002-201374 (P2002-201374A)		Clariant Produkte (Germany) GmbH
(43) 公開日	平成14年7月19日(2002.7.19)		ドイツ連邦共和国デー65929 フランクフルト・アム・マイン, ブリュニングシュトラッセ 50
審査請求日	平成16年8月9日(2004.8.9)	(74) 代理人	100062007
(31) 優先権主張番号	10054344.8		弁理士 川口 義雄
(32) 優先日	平成12年11月2日(2000.11.2)	(74) 代理人	100114188
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)		弁理士 小野 誠
		(74) 代理人	100105131
			弁理士 井上 満

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 電子写真トナー及び現像剤、粉末塗料並びにインクジェットインクに於ける被覆顔料顆粒の使用

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

電子写真トナー及び現像剤、粉末塗料材料、インクジェットインク、エレクトレット材料並びにカラーフィルター中の着色剤としてのワックス被覆顔料顆粒(但し、被覆顔料顆粒は、0.05~5mmの粒子サイズ及び被覆顔料顆粒の総重量基準で1~50重量%のワックス含有量を有する)の使用。

【請求項 2】

有機顔料がアゾ顔料又は多環式顔料である、請求項1記載の使用。

【請求項 3】

多環式顔料が、イソインドリノン、イソインドリン、アントラントロン、チオインジゴ、キノフタロン、アントラキノン、ジオキサジン、フタロシアニン、キナクリドン、ペリレン、ペリノン、チアジンインジゴ、ジケトピロロピロール及び/又はアゾメチン顔料である、請求項2記載の使用。

【請求項 4】

ワックスが、天然ワックス、変性天然ワックス、半合成ワックス、完全合成ワックス、アミドワックス、塩素化若しくはフッ素化ポリオレフィンワックス、熱可塑性ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、スチレン-アクリレートコポリマー樹脂、スチレン-ブタジエンコポリマー樹脂又はシクロオレフィンコポリマー樹脂である、請求項1~3の何れか1項記載の使用。

【請求項 5】

10

20

被覆顔料顆粒を噴霧乾燥する、請求項 1 ~ 4 の何れか 1 項記載の使用。

【請求項 6】

被覆顔料顆粒を、トリフェニルメタン；アンモニウム及びインモニウム化合物；イミニウム化合物；フッ素化アンモニウム及びフッ素化インモニウム化合物；ピスカチオン酸アミド；ポリマーアンモニウム化合物；ジアリルアンモニウム化合物；硫化アリール誘導體；フェノール誘導體；ホスホニウム化合物及びフッ素化ホスホニウム化合物；塩類似構造ケイ酸塩；カリックス(n)アレーン；レゾルシノール；環状に結合したオリゴ糖；高分子電解質間錯体；ポリエステル塩；金属錯体化合物；1, 2 - ジヒドロキシ芳香族、1, 2 - ジヒドロキシ脂肪族又は 2 - ヒドロキシ - 1 - カルボキシ芳香族のホウ素錯体；ベンゾイミダゾロン；アジン、チアジン及びオキサジンからなる群から選択された電荷調節剤と組み合わせて使用する、請求項 1 ~ 5 の何れか 1 項記載の使用。

10

【請求項 7】

電荷調節剤が、被覆顔料顆粒の総重量基準で 0.1 ~ 30 重量%の量で顔料顆粒中に存在する、請求項 6 記載の使用。

【請求項 8】

液体トナー又は粉末トナー中での、請求項 1 ~ 7 の何れか 1 項記載の使用。

【請求項 9】

被覆顔料顆粒を、電子写真トナー、粉末塗料材料又はエレクトレット材料の総重量基準で、0.1 ~ 90 重量%の量で使用する、請求項 1 ~ 8 の何れか 1 項記載の使用。

【発明の詳細な説明】

20

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は、電子写真トナー及び現像剤、粉末塗料材料並びにインクジェットインクに於ける被覆顔料顆粒の使用に関する。

【0002】

【従来の技術】

電子写真記録方法に於いて、潜在電荷画像が光伝導体の上に作られる。この潜像電荷画像は、静電的に帯電したトナーを適用することによって現像され、次いでトナーは、例えば、紙、織物、箔又はプラスチックに転写され、そして例えば、圧力、放射線、熱又は溶媒の作用の手段によって定着される。典型的なトナーは、一成分又は二成分粉末トナー（一成分又は二成分現像剤としても知られている）であり、また、例えば、ワックスをベースにする、磁性トナー、液体トナー、ラテックストナー、重合トナー及びマイクロカプセル化トナーのような特殊トナーも使用されている。

30

【0003】

トナーの品質の一つの尺度は、その比電荷 (q/m) (単位質量当たりの電荷) である。電荷の符号及びレベルに加えて、基本的で決定的な品質規準は、所望の電荷レベルの迅速な到達及び長い活性化期間に亘るこの電荷の不変性である。トナーの安定性についての他の重要な規準は、温度及び大気湿度のような気候影響に対するその非感受性である。

【0004】

正に帯電可能なトナー及び負に帯電可能なトナーの両方が、方法の型及び装置の型に依存して、写真複写機、レーザプリンタ、LED (発光ダイオード)、LCS (液晶シャッター) プリンタ又は電子写真原理に基づくその他のデジタルプリンタで使用されている。

40

【0005】

正電荷又は負電荷を有する電子写真トナー又は現像剤を得るために、電荷調節剤を添加することが一般的である。カラートナー中の着色成分として、典型的に、有機カラー顔料が使用される。染料と比較したとき、カラー顔料は、適用媒体中のそれらの不溶性のために、例えば、改良された熱安定性及び耐光堅牢度のような顕著な利点を有する。

【0006】

減法混色の原理に基づいて、三原色イエロー、シアン及びマゼンタの補助により、人の目に見える色の全スペクトルを再生することが可能である。正確な色再現は、特別の三原色

50

が正確に規定された色彩必要条件を満足する場合にのみ可能である。このケースでない場合には、幾らかの色調は再現できず、カラーコントラストは不十分である。

【0007】

フルカラートナーの場合に、3種のトナー、イエロー、シアン及びマゼンタは、正確に規定されたカラー必要条件を満たさなくてはならないのみならず、これらは同じ装置で順々に転写されるので、これらの摩擦電気特性の項目でお互いに対して正確に合致しなくてはならない。

【0008】

6色系及び7色系も同様に公知である。基本色は赤、緑、青、シアン、マゼンタ、イエロー及び黒である。色シアン、マゼンタ、イエロー、黒、橙及び緑で、パントーン・ヘキサクローム (Pantone Hexachrome) (登録商標) 系によって、フルカラープリントを作ることにも可能である。

10

【0009】

着色剤は、トナーの摩擦電気帯電で長期間の効果を有するであろうことが知られている。その結果、製造したときトナーベース配合物に着色剤を添加することは、通常、簡単には可能ではない。その代わりに、特別に適合させた必要な電荷調節剤の特性及び量を有する、各着色剤のための特別の配合物を製造することが必要であろう。このアプローチは、それ相応に面倒であり、プロセスカラー用のカラートナーの場合に、前記のものに添加することはまさに他の困難である。

【0010】

更に、実際的使用のために、着色剤が高い熱安定性及び良好な分散性を有することが重要である。トナー樹脂の中に着色剤を含有させるための典型的な温度は、配合機又は押出機を使用するとき、100 ~ 200 である。従って、200、更に良くは250の熱安定性が、非常に有利である。熱安定性が、長時間(約30分間)に亘って、そして異なるバインダー系内で維持されることも重要である。典型的なトナーバインダーは、個々に又は組み合わせた、スチレン、スチレン-アクリレート、スチレン-ブタジエン、アクリレート、ポリエステル及びフェノール-エポキシ樹脂、ポリスルホン並びにポリウレタンのような、付加重合樹脂、重付加樹脂及び重縮合樹脂である。

20

【0011】

色彩及び静電気に関するトナー成分の物理的影響並びに成分の最適分散性と並んで、トナーの品質は製造方法によって重大な影響を受ける。

30

【0012】

トナーの大部分は、今日では、ブレンド方法によって製造されており、この方法は、構成工程1~4に分解される。

【0013】

【表1】

方法工程	目的	問題点
1.初期混合	均質なブレックス	ダスト、異なる前駆体粒子サイズ
2.分散	均質な分布	不均質性
3.粉碎	粒子サイズの減少	収率、粉碎性
4.分級	規定した d_{50} の設定	広い分布
5.包装	自由流動性	粘着性

40

【0014】

分散自体(工程2)に加えて、初期混合は中心的重要なものである。トナーバインダー、電荷調節剤並びにワックス及び着色剤のような添加物のような初期成分は、例えば、ヘンシェルミキサー又はタンブルミキサー中で、規定された濃度で予備混合される。現存する方法の欠点は、出発製品が(幾つかの場合には顕著な)粒子サイズ差を示す(表2)ことである。これは、しばしば、計量問題及び不均質性になり、特に、異なる粒子サイズを有

50

する成分を使用するほど、その程度は大きい。

【 0 0 1 5 】

【 表 2 】

表 2 トナー成分の典型的な粒子サイズ

成分	典型的な粒子サイズ
バインダー	~600 μm ~ 800 μm
顔料	<60 μm (凝集塊)
電荷調節剤	<60 μm
ワックス	~20 μm ~ 2000 μm

10

【 0 0 1 6 】

使用される原料は、しばしば、1000 μmより大きい変動を示し、不均質になる。プレミックスの予備粉碎は、コストの点で許されない。バインダーの粒子サイズの減少は、追加の費用を払ってのみ可能であり、静電気帯電の危険性及びそれで粉塵爆発の危険性が増加する。性能の見地で、顔料及び電荷調節剤の粒子サイズを増加させることは、可能ではなく意味もない。

【 0 0 1 7 】

【 発明が解決しようとする課題 】

本発明の目的は、同時に静電的及び色彩的特性に有利に影響を及ぼしながら、前記の困難が克服されるような形態でトナー成分を提供し、これをこのような方法で電子写真トナーに加工することである。

20

【 0 0 1 8 】

【 課題を解決するための手段 】

この目的は、驚くべきことに、着色剤を単独で又は電荷調節剤と組み合わせて、ワックス被覆顔料顆粒の形態で、トナー又は粉末塗料材料のバインダーの中に含有させることによって達成された。

【 0 0 1 9 】

本発明は、電子写真トナー及び現像剤、粉末塗料材料、インクジェットインク、エレクトレット繊維並びにカラーフィルター中の着色剤としてのワックス被覆顔料顆粒（但し、この被覆顔料顆粒は、0.05 ~ 5 mm、好ましくは、0.1 ~ 2 mmの粒子サイズ及び被覆顔料顆粒の総重量基準で、1 ~ 50重量%、好ましくは、5 ~ 40重量%のワックス含有量を有する）の使用を提供する。

30

【 0 0 2 0 】

この手段により、バインダーの粒子サイズに適合された粒子サイズを有する着色剤が提供される。それで、着色剤とバインダーとの均質なプレミックスは、過度の技術的費用無しに可能である。

【 0 0 2 1 】

本発明に従って使用される被覆顔料顆粒は、例えば、有機又は水 - 有機媒体中で仕上げ工程の間に、ワックスを顔料に添加し、次いで例えば、水蒸気蒸留又は水による洗浄によって有機溶媒を除去し、そして得られた顔料水懸濁液を噴霧乾燥することによって製造することができる。顔料仕上げ工程の間に適切に行われるこの処理の過程で、顔料粒子はワックスと密接に接触するようになる。例えば、水蒸気蒸留による有機溶媒の除去に続いて、噴霧可能な顔料水懸濁液が得られる。噴霧乾燥の前にこの懸濁液を濾過し、洗浄によって存在する全ての塩を除去し、そして濾過によって得られたプレスケーキを再攪拌して、噴霧可能な懸濁液を得ることが適切であろう。水で洗浄を行うとき、適切な手順は、固体を濾別し、それを水で溶媒が無くなるまで洗浄し、そして得られたプレスケーキを水で希釈して、噴霧可能な懸濁液を得ることである。

40

【 0 0 2 2 】

50

噴霧乾燥工程の結果として、適切な粒子サイズへの顆粒化は、溶媒仕上げの過程で得られる顔料粒子のワックス皮膜に損傷を与えること無しに達成される。

【0023】

それらの一般的に球形状の結果として、この顆粒は自由流動性であり、それで容易に計量可能である。これらのサイズ及び重量のために、この顆粒はダストを殆ど作らない。

【0024】

適切な有機顔料の例には、モノアゾ、ジアゾ、ナフトール及び金属錯体顔料のようなアゾ顔料並びにまたイソインドリノン及びイソインドリン顔料、アントラントロン、チオインジゴ、チアジンインジゴ、キノフタロン、アントラキノン、ジオキサジン、フタロシアニン、キナクリドン、ペリレン、ペリノン、ジゲトピロロピロール及びアゾメチン顔料のような多環式顔料並びに該顔料の混合物又は混晶が含まれる。

10

【0025】

好ましい青色及び/又は緑色顔料は、C . I . ピグメントブルー 15、15 : 1、15 : 2、15 : 3、15 : 4、15 : 6のような銅フタロシアニン、ピグメントブルー 16 (無金属フタロシアニン) 又は中心原子としてアルミニウム、ニッケル、鉄若しくはバナジウムを有するフタロシアニン、例えば、Si 橋架けフタロシアニンのような橋架けフタロシアニン二量体/オリゴマー並びにまたピグメントブルー 1、2、9、10、14、62、ピグメントグリーン 1、4、45のようなトリアリールカルボニウム顔料である。

【0026】

好ましい橙色顔料は、例えば、P . O . 5、62、36、34、13、43、71、72

20

である。

【0027】

好ましい黄色顔料は、例えば、P . Y . 12、13、17、83、93、97、122、155、180、174、185である。

【0028】

好ましい赤色顔料は、例えば、P . R . 48、57、122、146、147、176、184、185、186、202、207、209、238、254、255、269、270、272である。

【0029】

好ましい紫色顔料は、例えば、P . V . 1、19、23である。

30

【0030】

混晶の例は、P . V . 19 / P . R . 122 又は P . R . 146 / 147 である。

【0031】

適切な無機顔料には、カーボンブラック、TiO₂、酸化鉄、真珠光沢顔料、エフェクト顔料 (effect pigments) 及び金属粉顔料が含まれる。

【0032】

用語「ワックス」は、通常下記の特性、即ち、20 で混練可能、固体乃至脆く堅い、粗い乃至微細に結晶性、半透明乃至不透明、しかしガラス状ではない；40 以上で分解無しに溶融する；比較的 low 粘度で融点より僅かに上でも糸曳しないもの；非常に温度依存性の稠度及び溶解度のもの；適度の圧力下でつや出し可能を有する、多数の天然又は合成物質を指す (ウルマンの技術化学百科事典 (Ullmanns Enzyklopadie der technischen Chemie)、第24巻、第4版、1983年、第1~49頁、Verlag Chemie、Weinheim 及びレンプの化学百科事典 (Rompps Chemie-Lexikon)、第6巻、第8版、1988年、第463頁、Franck'sche Verlagshandlung 参照)。

40

【0033】

好ましいワックスは下記のものである。植物ワックス、例えばカルナウバワックス及びキャンデリアワックス並びに動物ワックス、例えばミツろうのような天然ワックス、パラフィンワックス、マイクロワックスのような変性天然ワックス、モンタン (montan) エステルワックスのような半合成ワックス又はポリオレフィンワックス、例えばポリエチ

50

レン及びポリプロピレンワックス、ポリエチレングリコールワックス、シクロオレフィンコポリマーワックス、アミドワックス、例えばN,N'-ジステアリルエチレンジアミン、ジルコノセンワックス並びに塩素化若しくはフッ素化ポリオレフィンワックス又はポリエチレン/ポリテトラフルオロエチレンワックス混合物のような完全合成ワックス。

【0034】

特に好ましいものは、ポリオレフィンワックス並びにポリオレフィンワックスの続く酸化により、カルボン酸、カルボン酸エステル、カルボン酸無水物若しくはヒドロキシ基を含有するモノマーによるグラフト反応により又はオレフィンとカルボン酸、カルボン酸エステル、カルボン酸無水物若しくはヒドロキシ基を含有するモノマーとの共重合により生成される、極性基を含有するポリオレフィンワックスである。

10

【0035】

本発明の目的のために、ワックスは、ワックス状性質を有し、好ましくは重縮合、重付加又は付加重合方法によって製造された、比較的高い分子量の化合物であってよく、例は、熱可塑性樹脂、エポキシ樹脂、スチレン-アクリレートコポリマー樹脂、スチレン-ブタジエンコポリマー樹脂及び例えば、トパス(Topas)(登録商標)のようなシクロオレフィンコポリマー樹脂である。高温で有機溶媒中に十分な溶解度を有するために、このようなポリマーは、一般的に、500~20,000の数平均分子量

【0036】

【数1】

20

$$(\overline{M}_n)$$

【0037】

を有する。好ましいものは、800~10,000の数平均分子量

【0038】

【数2】

$$(\overline{M}_n)$$

30

【0039】

を有するワックスであり、特に好ましいものは、1000~5000の数平均分子量

【0040】

【数3】

$$(\overline{M}_n)$$

【0041】

を有するものである。

【0042】

本発明に従って使用されるワックスの滴点又は前記のワックス状ポリマーの軟化温度は、好ましくは、60~180の範囲内であり、特に好ましくは、80~140の範囲内である。

【0043】

ワックスの量及び種類は、特に、適用媒体との相溶性を確保するために、顔料顆粒の用途の分野に依存して変化させることができる。特性の規定されたプロフィールを生じさせるために、少なくとも2種の異なったワックス又はポリマーの混合物を使用することも可能である。

40

50

【0044】

顔料顆粒には、適切には、顔料顆粒の総重量基準で、50～99重量%、好ましくは60～95重量%の量で顔料及び1～50重量%、好ましくは5～40重量%の量でワックスが含まれる。

【0045】

当業者は、仕上げ工程が、次の適用のために有利である結晶多形相及び/又は結晶形を作るために、通常、仕上げ媒体中の - 例えば、有機溶媒又は水と有機溶媒との混合物中の、水に濡れたプレスケーキ、顔料水懸濁液又は乾燥顔料の形態である合成したままの (ex-synthesis) 粗製顔料の後処理であることを理解している。適切には、粗製顔料又は粗製顔料プレスケーキの2～30重量%懸濁液を、加熱して又は加熱することなく、ワックスを添加して、仕上げ媒体中で攪拌し、混練し及び/又は還流させる。

10

【0046】

仕上げ媒体は、好ましくは、仕上げ温度に於いて、それが使用したワックスを部分的に又は完全に溶解し、そして水蒸気蒸留又は洗浄により除去できるように選択された有機溶媒又は水と有機溶媒との混合物である。好ましい溶媒は、例えば、n-ブタノール、イソブタノール、n-オクタノール、イソオクタノールのような脂肪族アルコール；ベンゼン、トルエン、キシレン、クレゾール、クロロベンゼン、1,2-ジクロロベンゼンのような芳香族炭化水素；酢酸エチル、酢酸ブチルのようなエステル；メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン又はシクロヘキサノンのようなケトン及びN-メチルピロリドン、ジメチルスルホキシド又はスルホランのような極性非プロトン性溶媒である。

20

【0047】

仕上げ温度は、例えば、20～200、好ましくは、60～180の範囲内であってよい。仕上げ工程は、適切には、1～24時間、更に好ましくは2～10時間続ける。60～200での加熱を1～10時間行い、続いて100～20に冷却し、ワックスを添加し、続いて再び60～200で加熱するように仕上げ工程を実施することが有利であろう。仕上げ工程の過程で、ワックスを仕上げバッチに直接、即ち、間で冷却することなく添加することも可能である。

【0048】

仕上げ工程に於いて、通常の親油性顔料は、有機相（溶媒及びワックス）で被覆される。この手順は、顔料が有機相中に微細に分割された形態で存在するという利点を有する。ワックスによる顔料表面の最終被覆は、水蒸気蒸留（例えば、80～100の温度）により又はフィルター上での適切には20～95での水による洗浄により起こる溶媒の分離によって達成される。この時点で、ワックス被覆顔料の水性懸濁液が存在する。この懸濁液を、所望により水によって所望の濃度に調節して、コロイドミル又は匹敵する装置の助けを借りて又は助け無しに、ワックス被覆顔料の5～30重量%懸濁液を得、次いで噴霧乾燥して顆粒にする。或る場合には、ワックスによる顔料表面の最適濡れは、界面活性剤の添加によって有利に影響を受けることができる。適切な界面活性剤には、例えば、第四級アンモニウム塩、長鎖アルキルアミンのようなカチオン性界面活性剤（中性～弱酸性pH範囲内）；カルボン酸、スルホン酸、スルホコハク酸エステルのようなスルホ酸エステル及びこれらの塩のようなアニオン性界面活性剤；ベタインのような両性界面活性剤並びに糖アルキレート及びアシレート、エトキシシ化糖アルキレート及びアシレート、グリセロールエステル、ポリエチレングリコールエステル及びエトキシシ化脂肪酸、脂肪アルコールエトキシレート及び脂肪アミンエトキシレートのような非イオン性界面活性剤が含まれる。

30

40

【0049】

顔料顆粒の製造に於いて、ワックスと一緒に、染料又は電荷調節剤のような別の添加物を、例えば、顔料表面に適用して、インクジェットインク、トナー又は粉末塗料材料でのそれぞれの応用に適合させることも可能である。それで、例えば、電荷調節剤を、仕上げ媒体中に溶解させた又は懸濁させた形態で添加することができる。これによってトナー製造方法が単純化され、顔料表面に於ける電荷調節剤の特に均質な分布になる。

50

【0050】

噴霧顆粒化のために適した噴霧塔は、1個の流体ノズルを有するもの又は成長顆粒化を実施するもの（例えば、流動床噴霧乾燥機（FSD））である。単一流体ノズル噴霧塔の場合には、懸濁液は比較的大きい液滴で噴霧され、水が蒸発される。噴霧塔内の温度がワックスの滴点よりも高い場合には、ワックスは溶融し、流れて、平滑な表面を有する球状顆粒を形成する。

【0051】

FSD噴霧塔の場合には、懸濁液は微細な粉末に噴霧される。流動床内の強い流動及び外に出る空気に同伴され上流サイクロン内に析出した微細な粉末粒子の再循環によって、確実に噴霧乾燥が乱れた粉末雲状物内で起こる。これによってダスティング効果が起こり、ワックスの滴点より高い塔温度で、粒子は一緒に粘着して、ラズベリー状の顆粒が得られる。残留する水分及び粒度は、流動床内で制御される。噴霧塔内のガス入口温度は、通常、180～300、好ましくは、190～280の範囲内であり、ガス出口温度は70～150、好ましくは、90～130の範囲内である。

10

【0052】

電子写真トナー及び現像剤に於けるその使用と並んで、被覆顔料顆粒は、粉末及び塗料材料中に、特に、例えば、金属、木材、織物材料、紙又はゴムから製造された物品の表面を被覆するために使用されるような摩擦電氣的に又は動電的に噴霧された粉末塗料材料中に、着色剤として使用することもできる。粉末塗料材料又は粉末は、その静電荷を、一般的に二つの下記の方法の一つによって受け取る。

20

【0053】

a) コロナ方法に於いて、粉末塗料材料又は粉末は、誘導の下に、帯電したコロナを通過し、そうして帯電するようになる。

【0054】

b) 摩擦電気方法に於いて、摩擦電気の原理が利用される。

【0055】

使用される典型的な粉末塗料樹脂は、慣習的な硬化剤と一緒に、エポキシ樹脂、カルボキシル及びヒドロキシル含有ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂及びアクリル樹脂である。樹脂の組合せも使用される。例えば、エポキシ樹脂は、しばしば、カルボキシル及びヒドロキシル含有ポリエステル樹脂と組み合わせて使用される。

30

【0056】

更に、着色剤の改良された摩擦電気挙動は、着色した（顔料入り）エレクトレット材料の場合にエレクトレット特性に於ける改良になり、典型的なエレクトレット材料は、ポリオレフィン、ハロゲン化ポリオレフィン、ポリアクリレート、ポリアクリロニトリル、ポリスチレン又はフルオロポリマー（例は、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリテトラフルオロエチレン並びに過フッ素化エチレン及びプロピレンである）又はポリエステル、ポリカーボネート、ポリアミド、ポリイミド、ポリエーテルケトン、ポリアリーレンスルフィド、特にポリフェニレンスルフィド、ポリアセタール、セルロースエステル、ポリアルキレンテレフタレート並びにこれらの混合物をベースにしている。エレクトレット材料は、非常に多数の用途分野を有しており、コロナ帯電又は摩擦電気帯電によりそれらの電荷を得ることができる（G. M. Sessler, 「エレクトレット (Electrets)」、Topics in Applied Physics、第33巻、Springer Verlag、ニューヨーク、ハイデルベルク、第2版、1987年、参照）。

40

【0057】

更に、着色剤の改良された摩擦電気挙動は、静電方法によって分離される着色した（顔料入り）ポリマーの増強された分離特性になり得る（Y. Higashiyau, J. of Electrostatics、第30巻、第203～212頁、1993年）。従って、顔料の固有の摩擦電気効果は、同様にプラスチックの全体着色のために重要である。この固有の摩擦電気効果は、また、例えば、紡糸工程、フィルム延伸工程又はその他の造形工程のように、強い摩擦接触を起こす方法/加工工程に於いて顕著である。

50

【0058】

更に、被覆顔料顆粒は、また、減色発生及び加色発生の両方について、カラーフィルター用の着色剤として(P. Gregory, 「応用化学に於ける話題：有機着色剤の高技術応用 (Applied Chemistry: High Technology Application of Organic Colorants)、Plenum Press、ニューヨーク、1991年、第15～25頁)、また、電子新聞用の電子インク(「e-インク」)に於ける着色剤として使用するために適している。電子新聞に於いて、印刷媒体は、その間に、片半分側で着色され、選択的に移動性であり、電界のような外部力の適用によって整列できて、印刷された画像を発生することができる粒子によって占められている空間が存在する、2枚のフィルムからなっている(Deutscher Drucker、第13巻、第28～32頁)。

10

【0059】

電子写真カラートナー、粉末塗料材料又はインクジェットインクに関連してしばしば遭遇する仕事は、色相に濃淡を与え、それを特別の応用の必要条件に適合させることである。この目的のために、他の有機カラー顔料、無機顔料及び染料が特に適している。無機カラー顔料及び/又は染料を、被覆顔料顆粒との混合物中に、被覆顔料顆粒の総重量基準で、0.01～50重量%、好ましくは、0.1～25重量%、特に好ましくは、0.1～15重量%の濃度で使用することができる。この場合に、顔料顆粒は、1)粉末又は粉末顔料の混合物の形で顔料、2)顔料プレスケーキ又は噴霧乾燥したプレスケーキ(10～90%顔料含有量)、3)例えば、マスターバッチのような固体又は液体担体材料中の顔料

20

【0060】

有機染料の混合物は、明度を増加させるためとまた色相に濃淡を与えるためとの両方に特に適している。好ましいこのような有機染料には、下記のもの、即ち、直接染料、反応性染料及び酸性染料のような水溶性染料並びに油溶染料、分散染料及び建て染め染料のような溶媒可溶性染料が含まれる。上記の例には、C.I.リアクティブイエロー37、アシッドイエロー23、リアクティブレッド23、180、C.I.アシッドレッド1、8、52、87、94、115、131、144、152、154、186、245; C.I.ダイレクトレッド1、11、37、62、75、81、87、89、95、227; リアクティブブルー19、21; アシッドブルー9、ダイレクトブルー199、ソルベントイエロー14、16、25、56、62、64、79、81、82、83、83:1、93、98、133、162、174、ソルベントレッド8、19、24、49、89、90、91、92、109、118、119、122、124、127、135、160、195、212、215、ソルベントブルー44、45、ソルベントオレンジ41、60、63、ディスパーズイエロー64、バットレッド41、ソルベントブラック45、27

30

40

が含まれる。

【0061】

また、例えば、偽造防止トナーを製造するために、ルミノールス(Luminols)(登録商標)(Riedel-de Haen)のような蛍光特性を有する染料及び顔料を、被覆顔料顆粒の総重量基準で、0.0001～10重量%、好ましくは、0.001～5重量%、非常に特に好ましくは、0.01～1重量%の濃度で使用することも可能である。

【0062】

TiO₂又はBaSO₄のような無機顔料が、明るくするために混合物中に使用される。真珠光沢顔料、Fe₂O₃顔料(パリオクロームス(Paliocroms))(登録商

50

標)及びまた見る角度に依存して異なった色を生じるコレステリックポリマーをベースにする顔料のようなエフェクト顔料との混合物も適している。

【0063】

本発明に従って使用される顔料顆粒は、特別の帯電挙動を達成するために、正又は負制御を与える電荷調節剤と組み合わせることができる。正電荷調節剤及び負電荷調節剤を同時に使用することは、別の選択肢である。電荷調節剤と顔料顆粒とは別々にバインダーの中に含有させることができ、そうでない場合には被覆顔料顆粒に、-前記のように-電荷調節剤が含まれる。

【0064】

適切な電荷調節剤の例は、トリフェニルメタン；アンモニウム及びインモニウム化合物；イミニウム化合物；フッ素化アンモニウム及びフッ素化インモニウム化合物；ピスカチオン酸アミド；ポリマーアンモニウム化合物；ジアルキルアンモニウム化合物；硫化アリール誘導体；フェノール誘導体；ホスホニウム化合物及びフッ素化ホスホニウム化合物；カリックス(n)アレーン(calix(n)arenes)；レゾルシノール；環状に結合したオリゴ糖(シクロデキストリン)及びそれらの誘導体、特にホウ素エステル誘導体、高分子電解質間錯体(IPEC)、ポリエステル塩；塩類似構造ケイ酸塩；金属錯体化合物、特にカルボキシレート-金属、サリチレート-金属及びサリチレート-非金属錯体、アルミニウムアゾ錯体、-ヒドロキシカルボン酸-金属及び-非金属錯体；1,2-ジヒドロキシ芳香族、1,2-ジヒドロキシ脂肪族又は2-ヒドロキシ-1-カルボキシ芳香族のホウ素錯体；ベンゾイミダゾロン；カラーインデックスに、顔料、油溶染料、塩基性染料又は酸性染料として掲載されているアジン、チアジン又はオキサジンである。

【0065】

個々に又はお互いの組合せで、本発明の顔料顆粒と組み合わせることができる着色電荷調節剤の例は、例えば、カラーインデックスピグメントブルー1、1:2、2、3、8、9、9:1、10、10:1、11、12、14、18、19、24、53、56、57、58、59、61、62、67又は例えば、カラーインデックスソルベントブルー2、3、4、5、6、23、43、54、66、71、72、81、124、125のようなトリアリールメタン誘導体並びにまたカラーインデックスベシックブルー1、2、5、7、8、11、15、18、20、23、26、36、55、56、77、81、83、88、89、カラーインデックスベシックグリーン1、3、4、9、10のような、カラーインデックスに酸性ブルー及び塩基性染料で掲載されているトリアリールメタン化合物(但し、これらはそれらの温度安定性及び処理特性の項目で適している)であり、カラーインデックスソルベントブルー125、66及び124が特に適している。

【0066】

その高度に結晶性の硫酸塩の形の又はトリクロロトリフェニルメチルテトラクロロアルミニネート、CAS番号84179-66-8(クロムアゾ錯体)、115706-73-5(鉄アゾ錯体)、31714-55-3(クロムアゾ錯体)、84030-55-7(クロムサリチレート錯体)、42405-40-3(クロムサリチレート錯体)を有する金属錯体及びまた第四級アンモニウム化合物CAS番号116810-46-9及びまたアルミニウムアゾ錯体染料、金属カルボン酸塩及びスルホン酸塩の形のカラーインデックスソルベントブルー124が特に適している。

【0067】

エレクトレット繊維の製造のために非常に適しているトリフェニルメタン系列の電荷調節剤の例は、DE-A-第1,919,724号及びDE-A-第1,644,619号に記載されている化合物である。

【0068】

特別に関心のあるものは、米国特許第5,051,585号に記載されているトリフェニルメタン、特に、式(2)

【0069】

【化1】

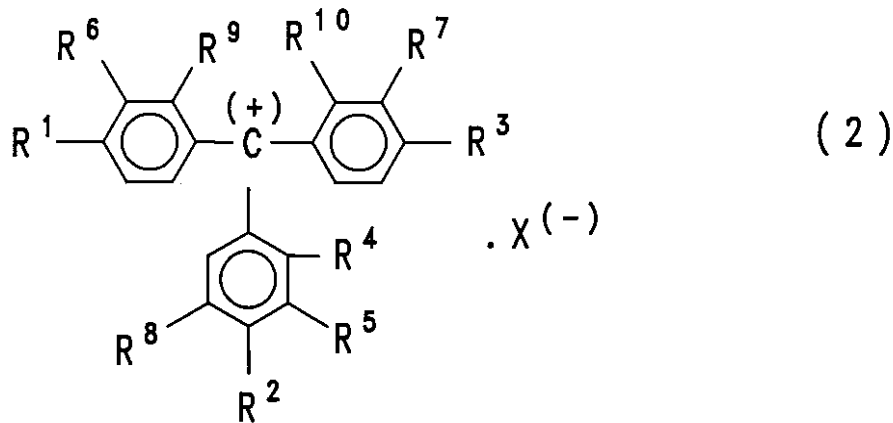
10

20

30

40

50



10

【0070】

(式中、 R^1 及び R^3 はフェニルアミノ基であり、 R^2 は m - メチルフェニルアミノ基であり、そして基 $R^4 \sim R^{10}$ は全て水素である)

のものである。

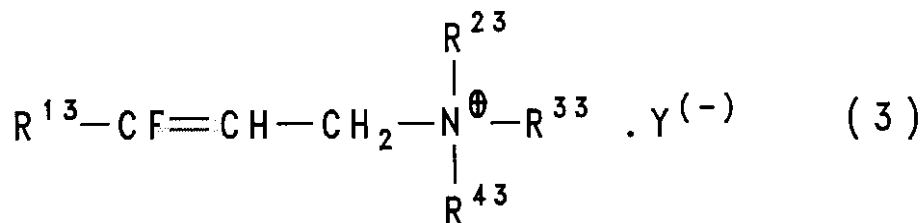
【0071】

また、米国特許第 5,015,676 号に記載されているようなアンモニウム及びインモニウム化合物並びに米国特許第 5,069,994 号に記載されているようなフッ素化アンモニウム及びインモニウム化合物、特に、式 (3)

20

【0072】

【化2】



30

【0073】

(式中、 R^{13} は、5 ~ 11 個の炭素原子を有する過フッ素化アルキルであり、 R^{23} 、 R^{33} 及び R^{43} は、同一か又は異なっており、1 ~ 5 個、好ましくは 1 ~ 2 個の炭素原子を有するアルキルであり、

Y^- は、1 化学量論的当量のアニオン、好ましくは、テトラフルオロボラート又はテトラフェニルボラートアニオンである)

のものも適している。

【0074】

また、WO 第 91/10172 号に記載されているような、ビスカチオン酸アミドも適している。

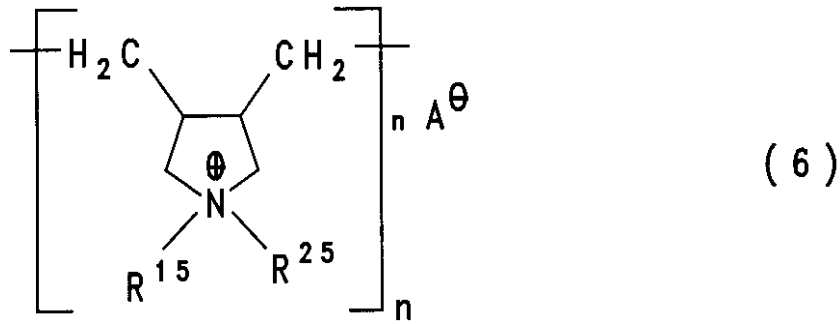
40

【0075】

適合性は、DE - A - 第 4,142,541 号に記載されているようなジアリルアンモニウム化合物及びそれから得ることができるポリマーアンモニウム化合物並びに DE - A - 第 4,029,652 号又は DE - A - 第 4,103,610 号に記載されているような、式 (6)

【0076】

【化3】



10

【0077】

(式中、 n は、5000～500,000 g /モルの分子量、好ましくは、40,000～400,000 g /モルの分子量に対応する値である)

のものが有している。

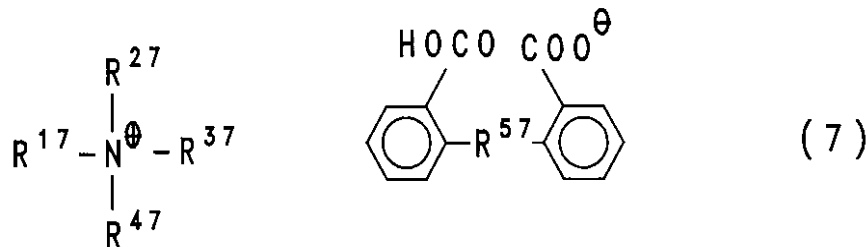
【0078】

また、DE-A-第4,031,705号に記載されているような硫化アリール誘導体、特に式(7)

【0079】

【化4】

20



【0080】

(式中、 R^{17} 、 R^{27} 、 R^{37} 及び R^{47} は、1～5個、好ましくは2個又は3個の炭素原子を有する同一の又は異なるアルキル基であり、そして

R^{57} は、二価の基 - S -、- S - S -、- SO - 又は - SO₂ - の1種である)

のものが適している。

【0081】

例えば、 R^{17} ～ R^{47} はプロピル基であり、 R^{57} は基 - S - S - である。

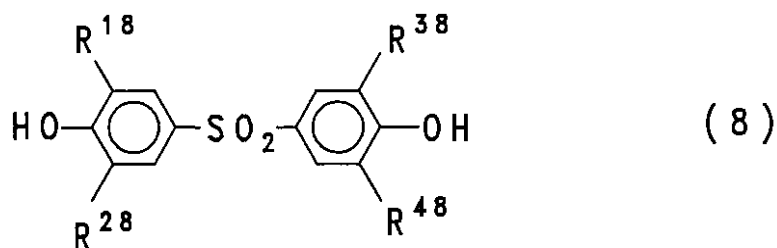
【0082】

また、EP-A-第0,258,651号に記載されているようなフェノール誘導体、特に式(8)

【0083】

【化5】

40



【0084】

50

(式中、 R^{18} 及び R^{38} は、1～5個、好ましくは1～3個の炭素原子を有するアルキル基又はアルケニル基であり、そして R^{28} 及び R^{48} は、水素又は1～3個の炭素原子を有するアルキル基、好ましくはメチルである)のものが適している。

【0085】

別の適切な化合物は、米国特許第5,021,473号及び米国特許第5,147,748号に記載されているような、ホスホニウム化合物及びフッ素化ホスホニウム化合物である。また、EP-A-第0,385,580号、EP-A-第0,516,434号及びAngew. Chemie (1993年)、第195巻、第1258頁に記載されているようなカリックス(n)アレーンが適している。

10

【0086】

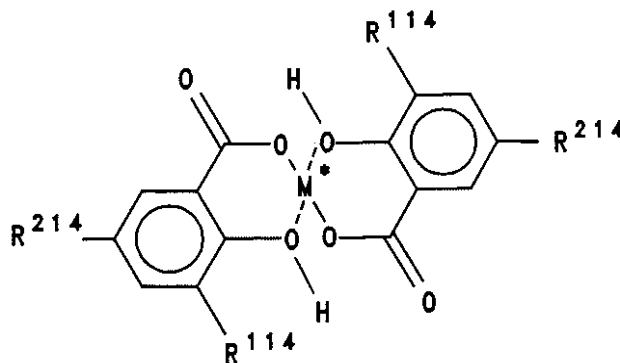
また、本明細書の優先権主張日には未公開である、ドイツ特許出願第P19957 245.3号に記載されているような塩類似構造ケイ酸塩が適している。

【0087】

適合性は、式(14)

【0088】

【化6】



(14)

20

【0089】

(式中、 M^* は、二価の中心金属原子、好ましくは、クロム、アルミニウム、鉄、ホウ素又は亜鉛原子であり、そして

30

R^{114} 及び R^{214} は、同一の又は異なった、1～8個、好ましくは3～6個の炭素原子を有する直鎖又は分枝鎖アルキル基であり、例はtert-ブチルである)

の、クロム、コバルト、鉄、亜鉛若しくはアルミニウムアゾ錯体又はクロム、コバルト、鉄、亜鉛若しくはアルミニウムサリチル酸若しくはホウ酸錯体のような金属錯体化合物が有している。

【0090】

適合性は、更に、EP-A-第0,347,695号に記載されているようなベンゾイミダゾロンに拡張される。

【0091】

また、DE-A-第4,418,842号に記載されているような環状に結合したオリゴ糖が適している。

40

【0092】

また、DE-A-第4,332,170号に記載されているようなポリマー塩、特にその実施例1に記載されている生成物が適している。

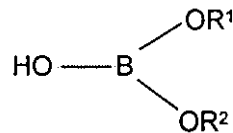
【0093】

また、例えば、DE-A-第1,971,126号に記載されているようなシクロオリゴ糖化合物が適しており、この化合物は、シクロデキストリン又はシクロデキストリン誘導体を、式

【0094】

50

【化7】



【0095】

(式中、 R^1 及び R^2 は、アルキル、好ましくは $C_1 \sim C_4$ アルキルである) の化合物と反応させることによって得ることができる。

【0096】

また、例えば、DE-A-第197 32 995号に記載されているような高分子電解質間錯体が適している。これに関連して、0.9:1.1~1.1:0.9のポリマー性カチオン基のポリマー性アニオン基に対するモル比を有する化合物が特に適している。

10

【0097】

また、特に、液体トナー(画像形成材料ハンドブック(Handbook of Imaging Materials)、1991年、Marcel Dekker, Inc.、第6章、液体トナー技術)で使用する場合に、表面活性イオン性化合物、いわゆる金属石鹸が適している。

【0098】

バリウムベトロナート(petronate)、カルシウムベトロナート、ジノニルナフトレンスルホン酸バリウム(塩基性及び中性)、ジノニルスルホン酸カルシウム又はドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムのようなアルキル化アリアルスルホン酸塩及びポリイソブチレンスクシンイミド(シェブロン(Chevron)のオロア(Oloa)(登録商標)1200)が特に適している。

20

【0099】

また、ダイズレシチン及びN-ビニルピロリドンポリマーが適している。

【0100】

また、飽和及び不飽和置換基を有するリン酸化モノグリセリド及びジグリセリドのナトリウム塩、A:p-トルエンスルホン酸メチルで四級化した2-(N,N)ジメチルアミノエチルメタクリレートとB:ポリ-2-エチルヘキシルメタクリレートとのABジブロックコポリマーが適している。

30

【0101】

また、特に液体トナーに於いて、二価及び三価のカルボン酸塩、特に、トリステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸バリウム、ステアリン酸クロム、オクト酸マグネシウム(magnesium octoate)、ステアリン酸カルシウム、鉄ナフタライト(iron naphthalite)及び亜鉛ナフタライトが適している。

【0102】

EP第0,636,945 A1号に記載されているようなキレート化電荷調節剤、EP第0,778,501 A1号に記載されているような金属(イオン性)化合物、JA第9(1997)-106107号に記載されているようなリン酸金属塩、下記のカラーインデックス番号:C.I.ソルベントブラック5、5:1、5:2、7、31及び50; C.I.ピグメントブラック1、C.I.ベーシックレッド2及びC.I.ベーシックブラック1及び2のアジンも適している。

40

【0103】

本発明に従って使用される顔料顆粒には、顆粒の総重量基準で0~49重量%、好ましくは0.1~30重量%、特に1~20重量%の電荷調節剤が含有されていてよい。

【0104】

本発明の被覆顔料顆粒及び電荷調節剤は、物理的混合により又は電荷調節剤を被覆工程の過程で添加することにより組み合わせることができる。両成分は、バインダーを顔料顆粒及び適切な場合に電荷調節剤の存在下で重合する付加重合トナーの場合に有利に添加する

50

ことができ又は炭化水素のような高沸点不活性溶媒中で液体トナーの製造に於いて使用することができる。他の変形に於いて、電荷調節剤を顔料合成の間に添加し、電荷調節剤が顔料の一部である場合に、摩擦電氣的に変性した顔料を使用することも可能である（EP-A-第0,359,123号及びEP-A-第0,362,703号）。

【0105】

本発明の顔料顆粒は、また、水性ベース上の電気凝固トナーのために適している。

【0106】

本発明の被覆顔料顆粒の使用は、トナー製造に於いて技術的方法利点を有するのみならず、電子写真トナーの電荷挙動を増大させる効果も有する。それで、顔料粉末とワックスとをバインダーに別々に添加することによって製造したトナーと比較して、同じワックスで本発明により被覆した顔料顆粒は、驚くべきことに、全活性化期間に亘って実質的に改良された電荷不変性を示す。

【0107】

本発明に従って使用される被覆顔料顆粒は、それぞれのトナー（液体又は乾燥）、現像剤、粉末塗料材料、エレクトレット材料又は静電分離用のポリマーの中に、適切には総混合物基準で、0.1~90重量%、好ましくは0.5~40重量%、特に好ましくは1~20重量%の濃度で、例えば押出若しくは混練により均質に含有されるか又はその重合工程の間に添加される。電荷調節剤は、適切には、トナー、現像剤、粉末塗料材料又はエレクトレット材料の総重量基準で、0.1~20重量%、好ましくは0.5~10重量%の量（電荷調節剤の乾燥質量基準）で使用される。これに関連して、顔料顆粒及び前記の電荷調節剤は、顔料顆粒中に前もって含有されていない場合、乾燥し粉碎した粉末、有機及び/若しくは無機溶媒中の分散物及び懸濁物、例えば、プレスケーキ（これは、例えば、いわゆるフラッシング方法のために使用することができる）、噴霧乾燥したプレスケーキとして又はマスターバッチ、製造、作ったペーストとして、珪藻土、TiO₂若しくはAl₂O₃のような適切な担体の上に水溶液若しくは非水溶液から被覆された化合物として又は幾つかの他の形態で使用することができる。顔料顆粒は、担体物質、例えば、ポリマー中の顔料コンセントレート（マスターバッチ）の形で、30~80重量%の顔料含有量で使用することもできる。

【0108】

電子写真トナーの又は本発明の顔料顆粒がその中に均質に含有されている粉末塗料材料の静電帯電のレベルは、予想することはできず、約20及び50%相対大気湿度で同一条件（同一の分散時間、同一の粒子サイズ分布、同一の粒子形状）下で、標準試験システムで測定される。トナーは、ローラベンチ（150回転/分）上で、担体、即ち標準化した摩擦相手と共に（トナー3重量部対担体97重量部）一緒に乱れるようにすることによって静電的に帯電される。次いで、静電帯電を、従来のq/m測定設定で測定する。

【0109】

トナーバインダー中の透明度及びカラー強度を下記のようにして調査する。30重量部の顔料入り試験トナーを、70重量部のベースワニス（15重量部のそれぞれのトナー樹脂及び85重量部の酢酸エチル）中で溶解機を使用して攪拌する（3500rpmで45分間）。この方法で製造した試験トナーワニスを、同じ方法で製造した標準顔料ワニスに対して、適当な紙（例えば、クロモルックス（Chromolux）カード）にハンドコーターを使用して適用する。コーターバーについての適切なサイズは、例えば、KバーN5（=24µm被覆厚さ）である。透明度のより良い決定を可能にするために、この紙の上に黒バーを印刷し、dL値で透明度及びカラー強度を、DIN55988に従って決定するか又は試験方法顔料マーケティング、Clariant GmbH「Visuelle und Farbmetrische Bewertung von Pigmenten」[顔料の目視及び比色評価]、第3版、1996年（No.1/1）に従って評価する。

【0110】

被覆顔料顆粒は、水性ベース上のインクジェットインク（マイクロエマルジョンインクを含

10

20

30

40

50

む)及び非水性(「溶媒系」)ベース上のインクジェットインク中の並びにホットメルト方法に従って操作されるこれらのインク中の着色剤として適していることが見出された。

【0111】

マイクロエマルジョンインクは、有機溶媒、水及び所望により追加のヒドロトロピック物質(界面媒介剤)をベースにしている。非水性ベース上のインクには、実質的に有機溶媒及び所望によりヒドロトロピック物質が含まれている。

【0112】

仕上げ記録液体には、一般的に、記録液体の総重量基準で、0.5~30重量%、好ましくは、1.5~16重量%の被覆顔料顆粒が含まれている。

【0113】

マイクロエマルジョンインクは、本質的に、0.5~30重量%、好ましくは、1.5~16重量%の被覆顔料顆粒、5~99重量%の水並びに0.5~94.5重量%の有機溶媒及び/又はヒドロトロピック化合物からなる。

【0114】

溶媒ベースのインクジェットインクは、本質的に、0.5~30重量%の被覆顔料顆粒並びに85~94.5重量%の有機溶媒及び/又はヒドロトロピック化合物からなる。溶媒ベースのインクジェットインクのための担体物質は、溶媒中に可溶性である、ポリオレフィン、天然及び合成ゴム、ポリ塩化ビニル、塩化ビニル-酢酸ビニルコポリマー、ポリビニルブチレート、ワックス/ラテックス系又はこれらの組合せであってよい。

【0115】

ホットメルトインクは、主として、ワックス、脂肪酸、脂肪アルコール又はスルホンアミドのような有機化合物をベースにしており、室温で固体であり加熱すると液化し、好ましい溶融範囲は約60~約140である。

【0116】

ホットメルトインクジェットインクは、本質的に、20~95重量%のワックス、おそらく別の着色剤で濃淡が付けられた1~20重量%の被覆顔料顆粒、0~20重量%の追加のポリマー(「染料溶解剤」として)、0~5重量%の分散助剤、0~20重量%の粘度調整剤、0~20重量%の可塑剤、0~10重量%の粘着付与剤、0~10重量%の透明性安定剤(これは、例えばワックスの結晶化を防止する)及び0~2重量%の酸化防止剤からなる。

【0117】

上記の記録液体中に存在する溶媒には、有機溶媒又はこのような溶媒の混合物が含まれていてよい。適切な溶媒の例は、一価又は多価アルコール、そのエーテル及びエステル、例えば、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール、イソブタノールのようなアルカノール、特に、1~4個の炭素原子を有するもの；エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、1,2,6-ヘキサントリオール、グリセロール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、トリプロピレングリコール、ポリプロピレングリコールのような二価又は三価アルコール、特に2~5個の炭素原子を有するもの；エチレングリコールモノメチル、モノエチル又はモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノメチル又はモノエチルエーテルのような多価アルコールの低級アルキルエーテル；アセトン、メチルエチルケトン、ジエチルケトン、メチルイソブチルケトン、メチルペンチルケトン、シクロペンタノン、シクロヘキサノン、ジアセトンアルコールのようなケトン及びケトンアルコール；ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、N-メチルピロリドンのようなアミド；トルエン並びにn-ヘキサンである。

【0118】

記録液体を製造するために使用される水は、好ましくは、蒸留水又は脱イオン水の形で使用される。

【0119】

10

20

30

40

50

所望により溶媒として機能することもできるヒドロトロピック化合物として、例えば、ホルムアミド、尿素、テトラメチル尿素、 γ -カプロラクタム、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、ブチルグリコール、メチルセロソルブ、グリセロール、N-メチルピロリドン、1,3-ジエチル-2-イミダゾリジノン、チオジグリコール、ベンゼンスルホン酸ナトリウム、キシレンスルホン酸Na、トルエンスルホン酸Na、クメンスルホン酸ナトリウム、ドデシルスルホン酸Na、安息香酸Na、サリチル酸Na又はブチルモノグリコール硫酸ナトリウムを使用することができる。

【0120】

また、記録液体には、慣用の添加物が含まれていてよく、例は、保存剤、カチオン性、アニオン性又は非イオン性界面活性物質（界面活性剤及び湿潤剤）並びに粘度調節剤、例えば、ポリビニルアルコール、セルロース誘導体又はフィルム形成剤としての水溶性の天然若しくは合成樹脂及び/又は接着強度及び耐磨耗性を増強するためのバインダーである。

10

【0121】

例えば、エタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、N,N-ジメチルエタノールアミン又はジイソプロピルアミンのようなアミンは、主として記録液体のpHを上昇させる機能を果たす。これらは通常、0~10重量%、好ましくは0.5~5重量%の量で記録液体中に存在する。

【0122】

【実施例】

下記の実施例に於いて、部は重量基準である。

20

【0123】

被覆顔料顆粒のための製造実施例

製造実施例1

316gの、仕上げ顔料P.Y.180の塩非含有水湿潤プレスケーキ(87.5gの乾燥顔料に相当)を、335gの水中に攪拌機の助けにより分散させる。800gのイソブタノール及び37.5gのポリエチレンワックス(滴点103~108、Mn1150)の添加に続いて、この混合物を145で2時間攪拌する。この時間の間に、仕上げ工程が起こり、顔料がワックスによって被覆される。仕上げに続いて、イソブタノールを水蒸気蒸留によって除去して、ワックス被覆顔料P.Y.180の水懸濁液を得る。

30

【0124】

この懸濁液を、水の添加によって10重量%の固体濃度に調節し、分散させ、それをコロイドミルに通過させることによって均質化する。続いて、この均質な懸濁液をFSD噴霧塔内で噴霧させ、その過程で、これは顆粒になる(ガス入口温度:190;ガス出口温度:100;床温度:75)。

【0125】

これによって、ラズベリー状構造を有する顔料顆粒が得られる。

【0126】

粒子表面帯電:

動電粒子表面を、Chimia、第48巻(1994年)第516~517頁及びそこに引用されている文献に記載されているようにして決定する。2mLの測定されたサンプル体積及び5g/Lの顔料濃度で、対応する顔料粒子表面電荷がmV/mgで得られ、この値は物質サンプルの固有pHで測定される。

40

【0127】

pH	mV/mg
8.33	-86.6

製造実施例2

126.5gの、未仕上げ粗製顔料P.Y.180の塩非含有水湿潤プレスケーキ(41.73gの乾燥顔料に相当)を、10.4gのポリエチレンワックス(滴点105~112、Mn1300)で、製造実施例1に記載したようにして処理する。色彩特性をポリ

50

エチレン中で試験し、粉末型に対応させる。

【0128】

粒子表面帯電：

動電粒子表面を、製造実施例1に記載したようにして決定する。

【0129】

pH	mV / mg
8.72	-79.1

製造実施例3

137gの、未仕上げ粗製顔料P.Y.180の塩非含有水湿潤プレスケーキ(45gの乾燥顔料に相当)を、390gの水中に攪拌機の助けにより分散させる。19gのポリエチレンワックス(滴点114~118、 M_n 1100)及び19gの電荷調節剤(DE-A-第4332170号、実施例1からのポリエステル塩)の添加に続いて、この回分を140で1時間攪拌し、製造実施例1に記載したような次の処理に付す。

【0130】

応用実施例

実施例4

7部の製造実施例1からの顔料顆粒を、配合機を使用して、93部のトナーバインダー(ビスフェノールAをベースにするポリエステル樹脂)の中に、100分間かけて均質に含有させる。次いで、この混合物を実験室汎用ミルで粉碎し、続いて遠心分級機で分級する。

【0131】

下記の実施例に於いて、 q/m 値の測定は、従来の q/m 測定設定で行う。粉碎からの所望の粒子画分(4~25 μm)を、50~200 μm のサイズを有するシリコン被覆フェライト粒子からなる担体で活性化させる。トナーを吹き出すとき、担体がそれと共に排出されないことを確保するために、2 μm のメッシュサイズの篩を使用する。この測定は約50%の大気湿度で実施する。活性化期間の関数として、下記の q/m 値[$\mu C/g$]を測定する。

【0132】

活性化期間	q/m [$\mu C/g$]
5分間	-13
10分間	-13
20分間	-13
2時間	-11

実施例5

6.3部の製造実施例2からの顔料顆粒を、配合機を使用して、93.7部の、ビスフェノールAをベースにするポリエステル樹脂の中に、100分間かけて含有させ、この混合物を粉碎し、分級する。

【0133】

活性化期間	q/m [$\mu C/g$]
5分間	-13
10分間	-10
30分間	-10
2時間	-10

実施例6

9.25部の製造実施例3からの顔料顆粒を、配合機を使用して、90.75部のトナーバインダー(ビスフェノールAをベースにするポリエステル樹脂)の中に、100分間かけて均質に含有させ、この混合物を粉碎し、分級する。

【0134】

活性化期間	q/m [$\mu C/g$]
5分間	-19

10

20

30

40

50

10分間 - 11
 30分間 - 10
 2時間 - 10

実施例7(比較例): 未被覆顔料粉末+バインダー

5部のP・Y・180の粉末製品を、95部のトナーバインダー(ビスフェノールAをベースにするポリエステル樹脂)の中に含有させ、この混合物を粉碎し、分級する。

【0135】

活性化期間 q/m [μC/g]
 5分間 - 10
 10分間 - 9
 30分間 - 6
 2時間 - 3

10

実施例8(比較例): 未被覆顔料粉末+ワックス+バインダー

1.24部の製造実施例2で使用したポリエチレンワックスを、93.76部の、ビスフェノールAをベースにするポリエステル樹脂の中に含有させる。次いで、5部のP・Y・180粉末を、100分間かけて混練することによって均質に含有させる。粉碎及び分級を、例4に記載したようにして行う。

【0136】

活性化期間 q/m [μC/g]
 5分間 - 12
 10分間 - 10
 30分間 - 8
 2時間 - 7

20

【0137】

【表3】

表A 実施例4~8の試験における測定値の概要

	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7(比較)	実施例8(比較)
q/m(5分)[μC/g]	-13	-13	-19	-10	-12
q/m(10分)[μC/g]	-13	-10	-11	-9	-10
q/m(30分)[μC/g]	-13	-10	-10	-6	-8
q/m(2時間)[μC/g]	-11	-10	-10	-3	-6

30

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I	
C 0 9 D	7/12 (2006.01)	C 0 9 D	7/12
C 0 9 D	11/00 (2006.01)	C 0 9 D	11/00
C 0 9 D	17/00 (2006.01)	C 0 9 D	17/00
C 0 9 D	201/00 (2006.01)	C 0 9 D	201/00
G 0 2 B	5/20 (2006.01)	G 0 2 B	5/20 1 0 1
G 0 2 B	5/22 (2006.01)	G 0 2 B	5/22
G 0 3 G	9/08 (2006.01)	G 0 3 G	9/08 3 6 5
G 0 3 G	9/09 (2006.01)	G 0 3 G	9/08 3 6 1
G 0 3 G	9/097 (2006.01)	G 0 3 G	9/08 3 4 4
G 0 3 G	9/12 (2006.01)	G 0 3 G	9/12 3 1 1

(74)代理人 100113332

弁理士 一入 章夫

(74)代理人 100103920

弁理士 大崎 勝真

(74)代理人 100117053

弁理士 相馬 貴昌

(72)発明者 ウルリーケ・ロール

ドイツ国、6 8 1 9 9 ・マンハイム、ブルンヒルデシユトラーセ・3 1

(72)発明者 リユデイガー・パウアー

ドイツ国、6 5 8 1 7 ・エツプシユタイン/テー・エス、ガルテンシユトラーセ・2 6

(72)発明者 ハンス・ヨアヒム・メッツ

ドイツ国、6 4 2 8 5 ・ダルムシユタット、ヤーンシユトラーセ・3 6

(72)発明者 アンドレアス・シユトール

ドイツ国、6 7 2 5 1 ・フラインハイム、アレーシユトラーセ・1 4 ・アー

審査官 太田 千香子

(56)参考文献 特開平03-168760(JP,A)

特開平05-072818(JP,A)

特開昭54-066931(JP,A)

特公平01-053302(JP,B2)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C09B 67/08