

(19) 日本国特許庁 (JP)

## (12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表2009-541528

(P2009-541528A)

(43) 公表日 平成21年11月26日 (2009. 11. 26)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>C08J 3/215 (2006.01)</b>	C08J 3/215 C E Q	2 H 0 0 5
<b>G03G 9/08 (2006.01)</b>	G03G 9/08 3 6 5	4 F 0 7 0
<b>G03G 9/087 (2006.01)</b>	G03G 9/08 3 8 1	4 J 0 0 2
<b>C08L 15/00 (2006.01)</b>	C08L 15/00	
<b>C08L 23/00 (2006.01)</b>	C08L 23/00	
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 20 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2009-516507 (P2009-516507)  
 (86) (22) 出願日 平成19年6月8日 (2007. 6. 8)  
 (85) 翻訳文提出日 平成20年12月17日 (2008. 12. 17)  
 (86) 国際出願番号 PCT/US2007/013571  
 (87) 国際公開番号 W02007/149239  
 (87) 国際公開日 平成19年12月27日 (2007. 12. 27)  
 (31) 優先権主張番号 11/472, 764  
 (32) 優先日 平成18年6月22日 (2006. 6. 22)  
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 590000846  
 イーストマン コダック カンパニー  
 アメリカ合衆国 ニューヨーク州 ロチェ  
 スター ステート ストリート 3 4 3  
 (74) 代理人 100070150  
 弁理士 伊東 忠彦  
 (74) 代理人 100091214  
 弁理士 大貫 進介  
 (74) 代理人 100107766  
 弁理士 伊東 忠重  
 (72) 発明者 ロボ, ロイド アンソニー  
 アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 6  
 2 5 ロチェスター スカーボロー・パー  
 ク 5 1

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ワックス用の分散剤

## (57) 【要約】

本発明は、ワックス分散剤を製造することについての方法である。当該方法は、溶媒及び分散剤の溶液を形成すること、分散剤が部分的に又は十分に水素化されたスチレン・ブタジエンの重合体であること、それにおいてスチレン対ブタジエンの比が、20から90までであること、を含む。ワックスは、スラリーを形成するために溶液へ加えられたものである。ワックスの粒子サイズは、スラリーの微粉碎を通じて低減されたものである。ワックス分散剤は、トナー粒子の製造に適合させられたものであることができる。

**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

ワックス分散剤を製造する方法であって、  
溶媒及び部分的に又は十分に水素化されたスチレン・ブタジエンの重合体を含む分散剤の溶液を形成すること、それにおいて該重合体のスチレンのモル分率が 20 から 90 までであること；

スラリーを形成するために該溶液へワックスを加えること；並びに  
該スラリーの微粉砕を通じて該ワックスの粒子のサイズを低減すること  
：を含む、方法。

**【請求項 2】**

請求項 1 に記載の方法において、  
前記ワックスは、ポリオレフィンワックス、カルボニル基を含有するワックス、ポリアルカン酸エステルワックス、ポリアルカノールエステルワックス、ポリアルカン酸アミドワックス、及びフッ素化されたワックスからなる群より選択される、方法。

**【請求項 3】**

請求項 1 に記載の方法において、  
水素化されるブタジエンのモル分率は、2 から 100 パーセントまでである、方法。

**【請求項 4】**

請求項 1 に記載の方法において、  
前記ワックスは、微粉砕の後で 1 ミクロン未満の平均の粒子のサイズを有する、方法。

**【請求項 5】**

請求項 1 に記載の方法において、  
前記溶媒は、クロロメタン、ジクロロメタン、エチル＝アセタート、プロピル＝アセタート、塩化ビニル、メチル＝エチル＝ケトン（MEK）、トリクロロメタン、四塩化炭素、塩化エチレン、トリクロロエタン、トルエン、キシレン、シクロヘキサノン、及び 2 - ニトロプロパンからなる群より選択される、方法。

**【請求項 6】**

請求項 1 に記載の方法において、  
前記微粉砕は、媒体のミリングによって実行される、方法。

**【請求項 7】**

請求項 1 に記載の方法において、  
前記ワックスは、40 から 160 までの融点を有する、方法。

**【請求項 8】**

請求項 1 に記載の方法において、  
前記ワックスは、5 - 1000 cps の溶融粘度を有する、方法。

**【請求項 9】**

請求項 1 に記載の方法において、  
前記スラリーにおける前記ワックスの粒子は、0.1 から 50 重量パーセントまでである、方法。

**【請求項 10】**

トナーを製造する方法であって、  
溶媒にトナーバインダーを溶解させること；  
該溶媒へ請求項 1 に記載の方法によって形成されたワックス分散剤を加えること、該ワックス分散剤が、

溶媒及び部分的に又は十分に水素化されたスチレン・ブタジエンの重合体を含む分散剤の溶液を形成すること、それにおいて、スチレン対ブタジエンの比が 20 から 90 までであること；

スラリーを形成するために該溶液へワックスを加えること；並びに  
該スラリーの微粉砕を通じて該ワックスの粒子のサイズを低減すること  
によって形成されること；

10

20

30

40

50

エマルジョンを形成するために安定化剤を含有する水性の溶液で結果として生じる溶媒の相を乳化させること；

トナー粒子を形成するために該エマルジョンから該溶媒を取り除くこと；

該トナー粒子を洗浄すること；並びに

該トナー粒子を乾燥させること

：を含む、方法。

【請求項 1 1】

請求項 1 0 に記載の方法において、

前記ワックスは、ポリオレフィンワックス、カルボニル基を含有するワックス、ポリアルカン酸エステルワックス、ポリアルカノールエステルワックス、ポリアルカン酸アミドワックス、及びフッ素化されたワックスからなる群より選択される、方法。

10

【請求項 1 2】

請求項 1 0 に記載の方法において、

水素化されるブタジエンのモル分率は、2 から 1 0 0 パーセントまでである、方法。

【請求項 1 3】

請求項 1 0 に記載の方法において、

前記ワックスは、微粉碎の後で 1 ミクロン未満の平均の粒子のサイズを有する、方法。

【請求項 1 4】

請求項 1 0 に記載の方法において、

前記溶媒は、クロロメタン、ジクロロメタン、エチル = アセタート、プロピル = アセタート、塩化ビニル、メチル = エチル = ケトン ( M E K )、トリクロロメタン、四塩化炭素、塩化エチレン、トリクロロエタン、トルエン、キシレン、シクロヘキサノン、及び 2 - ニトロプロパンからなる群より選択される、方法。

20

【請求項 1 5】

請求項 1 0 に記載の方法において、

前記微粉碎は、媒体のミリングによって実行される、方法。

【請求項 1 6】

請求項 1 0 に記載の方法において、

前記トナー粒子における前記ワックスの量は、前記トナー粒子の重量に基づいた重量で 1 から 4 0 パーセントまでである、方法。

30

【請求項 1 7】

トナーを製造することの方法であって、

バインダー組成物を提供すること；

混合物を形成するために該トナーバインダーへ請求項 1 に記載の方法によって形成されたワックス分散剤を加えること；

該混合物を混練すること；及び

トナーを形成するために該混合物を粉碎すること

：を含む、方法。

【請求項 1 8】

請求項 1 7 に記載の方法において、

混合物は、さらに、電荷制御剤及び着色剤を含む、方法。

40

【請求項 1 9】

請求項 1 7 に記載の方法において、

前記流動化の助剤は、前記混合物へ加えられる、方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

( 発明の分野 )

本発明は、ワックス、より詳しくは、トナーの性能を改善するために電子写真のトナーにワックスを組み込むためのやり方に関係する。

50

## 【背景技術】

## 【0002】

## (発明の背景)

ワックスは、シリコンオイルを使用することの必要性無しに、定着器のローラーの表面からの解放を援助するために電子写真のトナーへと組み込まれる。これらの材料のドメインのサイズは、粉末の流動、摩擦帯電、解放、及び光沢化を含む、トナーの多数の性質に影響を及ぼす。ドメインサイズは、分散物を形成するためにワックスのミリングの別個のステップによって有効に制御されることができる。この目的については、ワックスがトナーへ加えられた後で取り除かれることができる揮発性の有機の溶媒においてワックスをミルすることは、有益なことである。ワックスのドメインのサイズが、援助無しのミリングにおいて低減されることができる一方で、ワックス粒子用のコロイド状の安定化剤として作用することができるミリングの援助を有することは、普通は望ましいことである。安定化剤は、ワックス粒子の凝塊形成を予防するが、それによってミリングの効率を増加させるものであると共に、また、分散物 (dispersion) の粘度を低減するが、それによってより高いワックスの収率及びその結果としてのより低いミリングのコストを可能にするものである。

10

## 【0003】

数個の特許 (米国特許第 5, 756, 244 号明細書) は、配合するステップでトナーへとワックスを組み込む方法を開示するが、そこでは、トナーの全ての処方成分及びワックスが、押し出し機、二本ロールミル、混練機などというような設備へ加えられる。加工する条件の融解させられた状態において、ワックス及びトナーバインダーの粘度は、典型的には、非常に異なるものである。このような別種の粘度の下で、ワックスの小さい粒子を達成することは、可能なことではない。押し出しされた基材におけるワックスのドメインのサイズは、最終的な望まれたトナーサイズに等しい又はそれと比べてより小さいものであることがある。結果として、押し出しされた基材が、微粉状にされるとき、結果として生じる粒子は、高い含有率の表面ワックスで、遊離のワックス粒子又は粒子におけるワックスの不均質な分布を含有することがある。表面ワックス及び遊離のワックスは、機械におけるトナーの性能に不利に影響を及ぼすことができる。

20

## 【0004】

化学的な製造工程によって作られたトナーへと分散物としてのワックスの微細な粒子を組み込むことが、ほとんどない遊離のワックス及び乏しい表面ワックスを有するトナーに帰着することは、見出されてきたことである。化学的な方法によってトナーを作る異なる方法がある。米国特許出願第 2004/0161687 A1 号明細書において、売り主から得られたワックス粒子は、サイズにおいて小さいものであると共にトナー材料の残りを含有する溶媒の相へ加えられる。この有機の相は、分散物に援助するために水に溶解性の界面活性剤及び粘度調節剤を含有する水性の相に分散させられる。しかしながら、望まれた小さいサイズにおいて製造可能なものであるワックスの選抜は、限定される。

30

## 【0005】

ワックスのドメインのサイズを制御する別の方法は、溶媒の媒体内でワックスをミルすることである。米国特許第 6, 682, 866 号明細書；米国特許第 6, 800, 412 号明細書；及び米国特許第 6, 824, 945 号明細書；並びに米国特許出願第 2004/0115551 号明細書は、ポリエステルのバインダー、顔料、電荷制御剤、及びワックスを組み合わせること、並びに、ジルコニアビードの存在下でそれをミルすることを開示する。そして、有機の相は、分散剤としてのヒドロキシルアパタイト及びドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムを含有する水性の相において、制御された剪断で、分散させられる。そして、溶媒は、蒸発によって取り除かれる。この方法が、ワックスの小さいドメインのサイズを作り出すことに有用なものである一方、ドメインのサイズを低減するために全体のトナー/ワックス/溶媒の混合物を加工することは、コストに有効なことではない。第二に、ポリエステルのバインダーは、ワックス、特に高い程度の綿状凝集及びミリングにおける困難性に帰着するポリオレフィンワックス及びポリエステルワックス、へ良

40

50

好に吸着するものではない。

【0006】

化学的なトナー工程を介してワックスを組み込むことの他の方法は、エマルジョン凝集技術によるものである。これらの場合には、ワックス、ラテックス、顔料、及び電荷制御剤の水性の分散物は、反応器において混合させられると共にトナーの大きさに作られた粒子を形成するために凝集させられる。ワックスの水性の分散物は、数個の方法によって調製されることができる。米国特許第6,849,371号明細書及び米国特許第6,210,853号明細書は、またトナーバインダーである、分散剤としてスルホン化されたポリエステルを使用すること、ワックスの融点より上まで水性の分散物の温度を上昇させること、高い圧力の反応器を使用すること、及び、そしてワックスを乳化することによってワックス分散物の調製を開示する。米国特許第6,808,851号明細書は、安定化剤としての陰イオン性の界面活性剤を備えた類似の調製の方法を開示する。米国特許出願公開第2004/0044108A1号明細書は、ワックス分散物を調製することの詳細を記載する。ワックスの水性の分散物が、溶媒に基礎が置かれた分散物と比べて環境的により穏和なものである一方で、高い圧力の均質化を実行することのコストは、相対的に高いものである。さらには、トナーの構成成分を溶解させると共に分散させるために溶媒を使用することによるものと比べて、エマルジョン凝集工程を実行すると共にワックスを組み込むことは、実質的により困難なことである。

10

【0007】

溶媒におけるワックスの分散物が、ある一定の化学的な工程によって調製されたトナーへと組み込むために、調製されることは、要求されたことである。分散物は、ミリングの媒体を使用することでサブミクロンの粒子へとワックス粒子を破壊することによって調製される。これらの分散物を調製することのコストは、最終的な粒子のサイズに到達するために要求された時間に比例するものである。従って、コストを低減することのために、これらの分散物における高い固体の使用量を有することは、有益なことである。分散剤の選抜は、ミリングの率を決定する。典型的には、速いミリングを可能とする分散剤は、良好な安定化剤である。すなわち、それらは、ワックスの粒子へ強く吸着すると共に、粒子の綿状凝集に対する良好な障壁を提供する。綿状凝集させられた分散物が、ミルされることができる一方で、それらは、典型的には、粘度においてより高いものであると共に工程において取り扱うことが難しいものである。その結果として、綿状凝集させられた分散物における粒子の濃度は、高いものであることができない。望まれた安定化剤は、小さい粒子のサイズ及び低い粘度を備えた速くミルされた分散物を生産することができるものであるべきである。

20

30

【特許文献1】米国特許第5,756,244号明細書

【特許文献2】米国特許出願第2004/0161687A1号明細書

【特許文献3】米国特許第6,682,866号明細書

【特許文献4】米国特許第6,800,412号明細書

【特許文献5】米国特許第6,824,945号明細書

【特許文献6】米国特許出願第2004/0115551号明細書

【特許文献7】米国特許第6,849,371号明細書

40

【特許文献8】米国特許第6,210,853号明細書

【特許文献9】米国特許第6,808,851号明細書

【特許文献10】米国特許出願公開第2004/0044108A1号明細書

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

本発明の目的は、 $0.5 \text{ 秒}^{-1}$ と比べてより少ない剪断速度における低い粘度を備えた溶媒におけるワックス分散物を提供することであると共に、そこでは分散物におけるワックスの百分率は、高いものである。

【0009】

50

本発明の別の目的は、ワックス分散物を生産することであるが、そこでは粒子のサイズが、 $1\text{ }\mu\text{m}$ と比べてより少ないものである。

【0010】

本発明のさらに別の目的は、ワックス分散物を生産することであるが、そこではミリングの時間が、相対的に短いものである。

【課題を解決するための手段】

【0011】

当該発明のこの及び他の目的は、スチレン及びブタジエンの共重合体が含まれた分散剤を使用することによって成し遂げられることができるが、そこではブタジエンは、部分的に又は完全に水素化される。

【0012】

(発明の概要)

本発明は、ワックス分散物を製造する方法である。当該方法は、溶媒及び分散剤の溶液を形成すること、分散剤が部分的に又は十分に水素化されたスチレン・ブタジエンの重合体であること、それにおいて重合体のスチレンのモル分率が20から90までであることを含む。ワックスは、スラリーを形成するために溶液へ加えられる。ワックスの粒子のサイズは、スラリーの微粉碎を通じて低減される。ワックス分散物は、トナー粒子の製造に使用されることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0013】

(発明の詳細な説明)

当該の発明のワックス分散物は、好ましくは、極性の溶媒で作られるが、そこでは分散剤は、溶媒に完全に又は部分的に可溶性のものである。分散剤は、スチレン及びブタジエンの共重合体であるが、そこではスチレンのモル比は、20%から90%まで変動する。溶媒の選抜は、溶解度の考慮のために、現実のスチレンのモル分率を部分的に指定することになる。エチル＝アセタート、プロピル＝アセタート、及びジクロロメタンの好適な溶媒における好適なモル分率は、50及び75%の間にある。重合体の分子量は、4Kダルトンから500Kダルトンまでであることができる。分子量が、過剰に低いものであるとすれば、重合体は、綿状凝集を予防するためのワックス粒子に対する適度な安定性を提供するものではないことがある。分子量が、過剰に高いものであるとすれば、それは、分散物の粘度を増加させることになると共に、また“架橋現象(bridging)”を介して綿状凝集を引き起こすことがある。さらには、分散剤のブタジエン部分が、部分的に又は全体として水素化されることは、望まれたことである。水素化されるブタジエンのモル分率は、2から100%まで、及び好ましくは30から100%まで、である。

【0014】

ワックスは、単一の溶媒又は溶媒の混合物において分散させられることができる。この発明の好適な実施形態においては、ワックス分散物は、米国特許第4,833,060号明細書に記載されたもののような溶媒の援助で調製された電子写真のトナーの調製において使用される。現行の発明のワックス分散物の調製に使用された溶媒が、トナーを調製するために使用されるものと同じものであることは、高度に好適なことである。米国特許第4,833,060号明細書の通りのトナーの調製に有用なものである溶媒は、例えば、クロロメタン、ジクロロメタン、エチル＝アセタート、プロピル＝アセタート、塩化ビニル、メチル＝エチル＝ケトン(methyl ethyl ketone)(MEK)、トリクロロメタン、四塩化炭素、塩化エチレン、トリクロロエタン、トルエン、キシレン、シクロヘキサノン、2-ニトロプロパン、及び同様のものである。いくつかの事例において、上の溶媒の二つの又はより多くのものの混合物を使用することは、より望ましいことであることがある。現行の発明の分散剤は、第一に、選抜の溶媒に溶解させられた/分散させられたもの又はミルされるワックスと同時に加えられたもののいずれかであることができる。

【0015】

いずれのワックスも、本発明の目的のために使用されることがある。このようなワック

10

20

30

40

50

スの例は、ポリエチレンワックス及びポリプロピレンワックスというようなポリオレフィンを含む。パラフィンワックスというような長い鎖の炭化水素のワックス。ワックスの別の部類は、モンタンワックス、トリメチロールプロパン＝トリベヘナート、グリセリン＝トリベヘナートというようなポリアルカン酸 (polyalkanoic acid) エステルワックス；トリステアリル＝トリメリタート、及びジステアリル＝マレアートというようなポリアルカノールエステルワックス；トリメリト酸＝トリステアリル＝アミドというようなポリアルカン酸アミドワックスを含むカルボニル基を含有するワックスである。有用な脂肪族のアミド及び脂肪族の酸の例は、オレアミド、エルカミド、ステアラミド、ベヘナミド、エチレンビス(オレアミド)、エチレンビス(ステアラミド)、エチレンビス(ベヘナミド)並びにステアリン酸、ラウリン酸、モンタン酸、ベヘン酸、オレイン酸、及びタル油の酸を含む長い鎖の酸を含む。特に好適な脂肪族のアミド及び酸は、ステアラミド、エルカミド、エチレンビスステアラミド、及びステアリン酸を含む。脂肪族のアミド又は脂肪族の酸は、重量で0.5から30パーセントまで、好ましくは重量で0.5から10パーセントまで、の量で存在するものである。脂肪族のアミド及び脂肪族の酸の混合物は、また、使用されることができる。一つの有用なステアラミドは、Kemamide S<sup>TM</sup>としてWitco Corporationから商業的に入手可能なものである。有用なステアリン酸は、Hysterene 9718<sup>TM</sup>としてWitco Corporationから入手可能なものである。自然に生じるポリアルカン酸エステルワックスは、カルナウバ(Carnauba)ワックスを含む。エステルワックスの特に有用な部類は、長い鎖の脂肪酸及びアルコール類から作られる。この部類の例は、モンタン酸から誘導されたClariant Corp.によって作られたLicowaxシリーズである。トナーの用途に有用な別の例は、高度に精製された狭い融解する固体のエステルワックスであるNOFによって作られたWEシリーズである。Micro Powders INCから入手可能な、Polyfluo 190、Polyfluo 200、Polyfluo 523XF、Aqua Polyfluo 411 - - 全てポリエチレン/PTFEで官能化されたワックス、Aqua Polysilk 19、Polysilk 14 - - 全てポリエチレン/PTFE/アミドで官能化されたワックスというようなフッ素化されたワックスは、また、有用なものである。いくつかの用途において、分散物を調製するために上のワックスの一つと比べてより多いものを一緒に使用することは、特に最終的な用途におけるワックスの組み合わせが有用なものであるとすれば、有用なことであることがある。

#### 【0016】

本発明に使用されたワックスが、広い範囲の用途を有することができるとはいえ、ワックスが、40 - 160、好ましくは50 - 120、より好ましくは60 - 90、の融点を有することは、トナーの用途に一般に望まれたことである。過剰に高い融点、即ち、160を超えるものが、定着が低い温度で行われるとき、トナーのコールドオフセットを引き起こすことをしがちなものである一方で、40より下のワックスの融点は、トナーの耐熱性及び保存性に不利に影響を及ぼすことがある。加えて、示差走査熱量測定というような方法によって得られたもののようなワックスの融解するピーク、及び、ピークの融解する温度に対する融解することの始まりが、10と比べてより少ないものであることは、好適なことである。好ましくは、ワックスは、その融点と比べて20だけより高い温度で、5 - 1000センチポアズ(cps)、より好ましくは10 - 100センチポアズ、の溶融粘度を有する。粘度が、1000センチポアズと比べてより大きいものであるとき、トナーの反ホットオフセットの性質及び低い定着の性質は、不利に影響が及ぼされる。トナーにおけるワックスの量は、トナーの重量に基礎が置かれた、一般に重量で1 - 40%、好ましくは重量で3 - 10%、である。

#### 【0017】

当該の発明のワックス分散物は、数個の微粉碎の工程のいずれの一つによっても調製されることができる。これらは、IKAミル、Kadyミル、又はGaulinと同様の高い剪断力の分散機を含む。エマルジョンを均質化するために使用された設備は、特にワッ

クスの粒子がもろいものである場合に、また使用されることがある。媒体のミリングの技術は、固体粒子の微粉碎に特に有用なものである。媒体のミリングは、シリカ、ケイ素の窒化物、砂、ジルコニウムの酸化物、アルミナ、チタン、ガラス、などで作られた媒体を使用することで、アトライター、ボールミル、サンドミル、又は振動ミルによって成し遂げられることができる。ビードのサイズは、典型的には、直径において0.25から3.0 mmまでの範囲にわたる。媒体の体積は、ワックス粒子を含有する溶液の体積の5から200%までであることができる。固体ワックス粒子とのミリング媒体の繰り返された衝突が、破損及びその結果としての粒子サイズの低減に帰着するミルへ加えられた溶解させられた/分散させられた重合体及びワックス粒子と共に溶媒を含有するスラリー。ミリング工程は、ワックスの望まれた粒子サイズが、得られるまで、継続させられる。

10

#### 【0018】

ミルされるスラリーは、先に記載された一つの又はより多くの溶媒、上に記載された一つの又はより多くのタイプのワックス、及び、水素化されたスチレン-ブタジエン重合体を含む少なくとも一つの分散剤を含有する。スラリーにおけるワックス粒子の量は、0.1%から50%までであることができる。ワックス分散物が、電子写真のトナーを作るためにさらに使用されるとすれば、与えられた量のワックスを加工する際に伴われた時間は、トナーを作るコストに正比例するものである。生産性を最大にすると共にコストを最小にする為には、スラリーにおけるワックスの含有率が、可能な限り高いものであることは、望まれたことである。しかしながら、それが、過剰に高いものであるとすれば、ミリングの媒体から分離することが、難しいことであるという理由のために、ミリングの効率を減少させる（ミリングのための時間を増加させる）と共に収率を低減することができるスラリーの粘度は、高いものになる。固体粒子分散物の流動学的なプロファイルは、典型的には、剪断減粘性のもの、-即ち、分与された剪断速度が増加する際にその粘度が減少するもの、である。部分的に安定化された又は不安定な分散物は、典型的には、剪断減粘性のものの極端な場合を呈示することになるが、そこでは低い剪断速度（ $< 0.5 \text{ 秒}^{-1}$ ）における粘度が、高いものである。極端な場合には、不安定な、綿状凝集させられた分散物は、降伏応力を呈示することがあると共に低い剪断速度で流動するものではないことがある。当該の発明において記載されたものというような、分散剤の適切な選抜は、粒子を安定化させると共に低い剪断速度における粘度を低減することになる。

20

#### 【0019】

ワックスのミリング工程を経済的に実現性のあるものにする為には、 $0.5 \text{ 秒}^{-1}$ で測定された、ミルされた分散物の低い剪断力速度が、ワックスのレベルが10%におけるものであるとき、500センチポアズ（cP）と比べてより低いものであることは、望まれたことである。低い剪断速度における低い速度を達成する為には、部分的に又は全体として水素化されたスチレン-ブタジエン重合体を含む分散剤は、存在するワックスの量に基礎が置かれた2から50%までの間のレベルで存在するものであるべきである。好適な量は、5から20%までである。レベルが、過剰に低いものであるとすれば、サイズが低減されるときワックス粒子を安定化させるための十分な分散剤がないことになる。レベルが過剰に高いものであるとすれば、そのときには、重合体は、分散物がトナーを調製するために使用されるとき、トナーの顕著な部分を含むことになる。

30

40

#### 【0020】

好適な実施形態においては、当該の発明の分散物が、トナーの調製に使用されることは、望まれたことである。ワックスが、ワックスがトナーの表面へブルームするというように定着する際に離型剤として良好に挙動する為には、ことは、当技術において周知のことである。しかしながら、定着させるステップに先立ち、ワックスが、トナーバインダーによってカプセル化されることは、また望まれたことである。これが起こる為には、ワックスの粒子のサイズは、トナー粒子の最終的な望まれたサイズと比べて実質的により小さいものであるべきである。予め分散させられたワックスは、従来の溶融物が微粉状にされたトナー（melt pulverized toner）（MPTの方法）の第一のステップである押し出しステップへ加えられることができる。このステップにおいて、トナーの構成成分の全ては、

50



上昇させられた温度で押し出されたと共に混合させられる。融解させられたワックスの粘度が、融解させられたトナーバインダーの粘度と比べてはるかに低いものであるという理由のために、押し出しステップは、ワックスの大きい粒子を分散させる又は破壊することができない。従って、上に記載されたように粒子を微粉碎すると共に押し出しステップへそれらを加えることは、好都合なことである。さらには、水性の分散工程において使用された分散剤が、トナーが、摩擦帯電する視点から相対湿度に対して敏感なものになることを引き起こすことができるという理由のために、水性の媒体の代わりに、有機の溶媒においてワックスを分散させることは、より好都合なことである。

#### 【0021】

当該の発明のワックス分散物は、上に述べられたMPTの方法によってトナーを作るために使用されることができる。変性させられた重合体の樹脂を含むバインダー、着色剤、ワックス分散物、及び電荷制御剤というようなトナーの処方成分は、混合物を得るために回転式のブレードミキサーというようなミキサーを使用することで各々他のものと機械的に混合させられる。

#### 【0022】

そして、混合物は、適切な混練機を使用することで混練される。単一の軸のタイプの（又は単一のシリンダーのタイプの）混練機、二つの軸のタイプの（又は二つのシリンダーのタイプの）連続的な押し出し機、又はロールミルは、混練機として適切に使用されることがある。混練りすることは、バインダー樹脂の分子の鎖の破損を引き起こすことがないために、バインダー樹脂の軟化点の近くの温度で行われるべきである。軟化点より上の過剰に高い温度は、バインダー樹脂の分子の鎖の破損を引き起こすことになる。バインダー樹脂における、着色剤、などの分散は、温度が、軟化点と比べて過度により低いものであるとき、必ずしも十分に進行するものではないことになる。

#### 【0023】

そして、混練された混合物は、凝固されると共に、凝固させられた混合物は、好ましくは二つの段階、粗く粉碎すること及び微細に粉碎することにおいて、粉碎される。微細に粉碎する段階が、小さいギャップを備えた回転子及び固定子の組み合わせを使用することで行われることがある一方で、粗く粉碎する段階は、ジェット・ストリーム下で衝撃プレートへ凝固させられた混合物を衝突させることによって実行されることがある。粉碎された混合物は、例えば、5 - 20  $\mu\text{m}$ の平均的なサイズを有するトナーを得るために接線方向の力を利用することでジェットフローにおいて分類される。

#### 【0024】

得られたトナーは、望まれたとすれば、流動性、保存性、現像効率、及び転写の効率を改善するための流動化剤というような外添剤と混合させられる。外添剤と混合することは、好ましくは混合する温度を制御することが可能な従来のミキサーを使用することで実行されることがある。外添剤は、徐々に又は一度に加えられることがある。回転のスピード、混合する時間、及び混合する温度は、いずれの適切な様式においても変動させられることがある。適切なミキサーの実例となるものは、V - タイプのミキサー、ロッキングミキサー、Ledigeミキサー、nauterミキサー、及びHenschelミキサーである。

#### 【0025】

トナーを作るためにワックス分散物を使用することの好適な方法は、化学的な手段を介したものである。化学的な手段を介してトナーを作るための当技術において記載された数個の方法がある一方で、当該の発明の分散物は、溶媒の相においてトナーの構成成分を溶解させる / 分散させる工程において主として有用なものである。このような方法は、米国特許第4,833,060号明細書；米国特許第4,965,131号明細書；米国特許第6,682,866号明細書；米国特許第6,800,412号明細書；及び米国特許第6,544,705号明細書；並びに米国特許出願公開第2004/0161687A1号明細書に開示される。好適な実施形態において、トナーは、好適な溶媒の一つのもの又はより多くのものにおいてバインダー、自由選択で一つの又はより多くの顔料、一つの

10

20

30

40

50

又はより多くの電荷制御剤を溶解させる / 分散させることによって調製される。当該の発明のワックス分散物は、この混合物へ加えられると共に良好に混合させられる。分散物を加えることの順序は、重要なことではない。

【 0 0 2 6 】

安定化剤を含有する水性の相は、調製される。好適な安定化剤は、粒状の分散剤並びに水の層及び系における攪拌によって形成された重合体の溶媒の小滴の間の界面へ粒状の分散剤を駆動する促進剤である。例えば、金属の塩若しくは水酸化物若しくは酸化物又は粘土というような無機材料、デンプン、スルホン化された架橋させられた有機の単独重合体及び例えば米国特許第 2, 9 3 2, 6 2 9 号明細書に記載されたような樹脂の重合体というような有機材料；米国特許第 4, 8 3 3, 0 6 0 号明細書に記載されたようなシリカ；並びに米国特許第 4, 9 6 5, 1 3 1 号明細書に記載されたようなコポリ（スチレン - 2 - ヒドロキシエチル = メタクリラート - メタクリル酸 - エチレングリコール = ジメタクリラート）というような共重合体というような、限定された融合技術によってエチレン性で不飽和のモノマーの付加反応によって重合体の粒子を形成することの当技術において知られた適切なコロイド状の安定化剤は、用いられることができる。シリカは、この発明と一致した使用のための好適な懸濁物の安定化剤である。S i O<sub>2</sub> の分散剤は、一般に、それらが、0 . 0 0 1 μ m から 1 μ m まで、好ましくは 5 から 1 5 0 ナノメートルまで、及び最も好ましくは 5 から 7 5 ナノメートルまで、であるというように、寸法を有すべきである。これらの粒子のサイズ及び濃度は、最終的なトナー粒子のサイズを制御すると共に予め決定する。コロイド状のシリカの分散剤の例は、数ある中で、L u d o x、N a l c o a g、及び S n o w t e x のブランド名の下で販売される。コロイド状のシリカは、2 と比べてより大きい p h で自然に負に帯電させられると共に、これらは、好適な安定化剤である。しかしながら、アルミナで変性させられたシリカは、正に帯電させられると共に、また安定化剤として適切なものである。

【 0 0 2 7 】

潤滑剤の小滴及び水性の相の界面へ懸濁物の安定化試剤を駆動するための適切な促進剤は、スルホン化されたポリスチレン、アルギナート、カルボキシメチル = セルロース、テトラメチルアンモニウム = ヒドロキシド又はクロリド、トリエチルフェニルアンモニウム = ヒドロキシド、トリエチルフェニルアンモニウム = クロリド、ジエチルアミノエチル = メタクリラート、ゼラチン、にかわ、カゼイン、アルブミン、グルテン、メトキシセルロース、及び同様のものを含む。特に適合した促進剤は、ポリ（アジピン酸 - c o - メチルアミノエタノール）というような、ジエタノールアミン及びアジピン酸の水溶性の可溶性の縮合生産物、エチレンオキシド、尿素、及びホルムアルデヒドの水に可溶性の縮合生産物、並びにポリエチレンイミンである。安定化剤としてのコロイド状のシリカの場合に、2 から 7 まで、好ましくは 3 から 6 まで、及び最も好ましくは 4、の値における系の p H を制御することは、一般に望まれたことである。促進剤は、シリカの量に基礎が置かれた 1 から 5 0 パーセントまでの量で存在するものであるべきである。

【 0 0 2 8 】

そして、水性の媒体におけるバインダー及び分散剤を含有する溶媒の滴の分散物は、究極的に望まれたものと比べてより少ないものまで潤滑剤の小滴の粒子のサイズを低減する為には、高いスピードの攪拌を含むいずれの適切なデバイス、超音波のデバイス、ホモジナイザー、及び同様のものによっても活発に混合させられる。そして、粒状の懸濁物の安定化剤の存在は、平衡が到達させられるまで起こる融合のレベルを制御すると共に、粒子のサイズは、それ以上に成長するものではない。

【 0 0 2 9 】

次に、溶媒は、例えば、溶媒を蒸発させるために全体の系を加熱することというような、いずれの適切な技術によっても小滴から取り除かれると共に、このように S i O<sub>2</sub> の粒子によって囲まれた水性の溶液に残留する不連続な相の小滴からそれを取り除く。また、溶媒は、空気又は窒素と同様の不活性な基体でかき混ぜられた分散物をパーズすることによって取り除かれることができる。米国特許第 5, 5 8 0, 6 9 2 号明細書は、過多の水

が、溶媒を抽出する分散物へ加えられる方法を開示する。粒子は、濾過によって水 / 溶媒の混合物から分離される。

#### 【 0 0 3 0 】

次に、望まれるべきであることは、 $\text{SiO}_2$  の分散剤が、 $\text{HF}$  若しくは他のフッ化物イオンにおいて溶解させることというようないずれの適切な技術によっても、又は、かき混ぜる一方でそれによって少なくとも 12 まで  $\text{pH}$  を上昇させるために重合体の粒子を含有する水性の相へカリウムの水酸化物というようなアルカリ性剤を加えることによって、重合体の粒子の表面から取り除かれることがあるである。この方法は、好適なものである。 $\text{pH}$  を上昇させた及びシリカを溶解させた後に、重合体の粒子は、濾過によって回収されると共に最終的にその表面からいずれの望まれた不純物をも取り除くために水又は他の試剤で洗浄されることができる。このように生産されたトナー粒子は、乾燥させられると共に電子写真のエンジンに使用可能なトナーを生産するために表面処理されることができる。

10

#### 【 0 0 3 1 】

用語、電荷制御剤は、結果として生じるトナーの摩擦電気の帯電する性質を変更するために使用されたトナーの添加物を指す。正の及び負の帯電するトナー用の非常に幅広い多様性の電荷制御剤は、入手可能なものである。適切な電荷制御剤は、例えば米国特許第 3, 893, 935 号明細書；米国特許第 4, 079, 014 号明細書；米国特許第 4, 323, 634 号明細書；及び米国特許第 4, 394, 430 号明細書；並びに英国特許第 1, 501, 065 号明細書及び英国特許第 1, 420, 839 号明細書に、開示される。有用なものである追加の電荷制御剤は、米国特許第 4, 624, 907 号明細書；米国特許第 4, 814, 250 号明細書；米国特許第 4, 840, 864 号明細書；米国特許第 4, 834, 920 号明細書；米国特許第 4, 683, 188 号明細書；及び米国特許第 4, 780, 553 号明細書に記載される。電荷制御剤の混合物は、また使用されることができる。電荷制御剤の特定の例は、クロムのサリチル酸塩の有機錯体の塩、及びアゾ - 鉄錯体の塩、特に鉄酸塩 (1 - ) のビス [ 4 - [ ( 5 - クロロ - 2 - ヒドロキシフェニル ) アゾ ] - 3 - ヒドロキシ - N - フェニル - 2 - ナフタレンカルボキサミダート ( 2 - ) ] のアンモニウム、ナトリウム、及び水素 ( H o d o g a y a C h e m i c a l C o m p a n y L t d . から入手可能な有機鉄 ) を含む。

20

#### 【 0 0 3 2 】

30

( 例 )

例 1 :

ワックス分散物の性質

重合体の分散剤は、第一に、選抜の溶媒において溶解させられる。この事例における溶媒は、エチル = アセタートである。三つの分散剤 :

a ) 部分的に水素化されたスチレン・ブタジエン重合体である ( A K A e l a s t o m e r によって作られた ) T u f t e c P 2 0 0 0 。スチレンの量は、61% である。ブタジエンの 60% は、水素化される ;

b ) スチレンのモル % が 80% であるスチレン・ブチル = アクリラート重合体である ( H e r c u l e s によって作られた ) P i c c o t o n e r 1 2 2 1 ; 及び

40

c ) B r i j 9 3 ( ポリオキシエチレン ( 2 ) オレイルエーテル , I C I によって作られたもの )

は、使用された。

#### 【 0 0 3 3 】

各々の分散剤の 0.5 グラムは、45 グラムの溶媒に別個に溶解させられた。溶液は、4 オンスのガラスのジャーへ移されたが、それへは 35 ml の 2 mm のジルコニアビードが、加えられた。各々のジャーへ、5 mg の P o l y w a x 5 0 0 ( B a k e r H u g e s からの、分子量 500 のポリエチレンワックス ) T - 6 0 ( 60  $\mu\text{m}$  の粉末 ) 級のもは、加えられた。分散物におけるワックスのレベルは、10% であった。各々のジャーは、30 回転毎分で 4 日の間に転がされた。期間の終了において、ジャーの内容物は、

50

ビードを徹底的に分離するためのメッシュのふるいを備えたロートへと注がれた。T u f t e c 2 0 0 0 で作られた分散物が、相対的に簡単に流動したと共に媒体から分離されたのに対して、P i c c o t o n e r 1 2 2 1 及び B r i j 9 3 で作られた分散物は、ペースト状のものであったと共に良好に流動しないものであった。

#### 【0034】

例は、異なるワックスで繰り返された。P o l y w a x 5 0 0 の代わりに使用された、( C l a r i a n t によって作られた ) モンタン酸エステルワックスである L i c o w a x F は、ミリメートルの大きさに作られた薄片として手に入る。もう一度、分散剤としての P i c c o t o n e r 1 2 2 1 及び B r i j 9 3 で作られた分散物は、粘性のものであったと共に、T u f t e c P 2 0 0 0 で作られた分散物は、流体であった。

10

#### 【0035】

例 2 :

類似の実験は、後に続く分散剤 :

a ) T u f t e c P 2 0 0 0 ;

b ) T u f t e c H 1 0 4 3 ( A K A E l a s t o m e r によって作られた、スチレンのレベルが、61モル%にあるものである、及び、全てのブタジエンが、水素化されてしまったものである、スチレン - ブタジエン重合体 ) ; 及び

c ) S a r t o m e r E F 4 0 ( S a r t o m e r によって作られた、80モル%のスチレンを備えたスチレン - マレイン酸無水物の重合体 )

で実行された。

20

#### 【0036】

各々の分散剤は、後に続くワックスタイプ :

i ) P o l y w a x 5 0 0 T 6 0 g r a d e

i i ) L i c o w a x - F の薄片

i i i ) W E 3 ( N O F C o r p によって作られた、アルコール類との長い鎖の脂肪酸のエステル )

で試験された。これらは、また、L i c o w a x に類似の薄片であった。

#### 【0037】

L i c o w a x 及び W E - 3 のワックスに使用されたミリング媒体は、5mmのステンレス・スチールのボールであった。より小さい大きさに作られた P W 5 0 0 に使用されたミリング媒体は、2mmのジルコニアのビードであった。ミリング媒体の体積は、全ての実験について 35ml に固定された。30回転毎分におけるローリングの24時間の後に、ジャーの内容物は、排出された。分散物の流動性は、観察されたと共に、ワックスの粒子の外観は、顕微鏡の下で観察された。

30

#### 【0038】

#### 【表 1】

	Tuftec P2000	Tuftec H1043	Sartomer EF40
Polywax 500 (T60)	流体分散物, 良好に分散させられたもの	流体分散物, 良好に分散させられたもの	粘性のペースト, 綿状凝集させられた粒子
Licowax F	流体分散物, 良好に分散させられたもの	流体分散物, 良好に分散させられたもの	あまり流体でない及び綿状凝集させられた粒子
WE-3	流体分散物, 良好に分散させられたもの	流体分散物, 良好に分散させられたもの	流体分散物, 大きい粒子

40

当該の発明の分散剤と共に調製された分散物は、低い粘度を有すると共に、粒子の綿状凝集に関して良好に挙動した。比較によるスチレン性の重合体は、高い質の分散物を与えるものではない。

50

【 0 0 3 9 】

例 3 :

当該の発明の分散剤は、重合体のブタジエンのセグメントに対するいくらかの程度の水素化を有した。この例において、我々は、それを非水素化されたスチレン・ブタジエン重合体と比較する。試験された重合体の性質は、下に与えられる：

【 0 0 4 0 】

【表 2】

	スチレン モル%	共重合体	水素化の程度
Kraton D1118	31	ブタジエン	無し
Kraton D1116	23	ブタジエン	無し
Kraton D1102	28	ブタジエン	無し
Kraton D1184	31	ブタジエン	無し
Piccotoner 1221	80	ブチル=アクリレート	無し
Tuftec P2000	61	ブタジエン	60%

10

例 1 に記載された実験的な手順は、上に列挙された分散剤の各々について後に続けられた。分散物が、ミリング媒体から分離された後で、分散物におけるワックスの百分率は、適当な量の溶媒を加えることによって、10%へ調節された。分散物の粘度は、二重のギャップの幾何学的配置を使用することで、H a a k e のレオメーターにおいて測定された。各々の場合には、分散物は、 $3000 \text{ 秒}^{-1}$  で剪断変形させられたが、その点でいずれの凝集物も、破壊されたと共に、粘度は、時間と共に定常的なものであった。剪断速度は、 $0.5 \text{ 秒}^{-1}$  まで一定の割合で減らされた。そして、剪断速度は、 $0.5 \text{ 秒}^{-1}$  で5分の間に保持されたと共に、時間と共に粘度における変化は、記録された。分散物の粘度は、剪断速度の増減から得られた、高い剪断速度 ( $3000 \text{ 秒}^{-1}$ ) 及び低い剪断速度 ( $0.5 \text{ 秒}^{-1}$ ) で報告される。さらには、低い剪断力の5分の期間にわたる粘度における変化は、また報告される。最初の二つの測定は、製造する工程において経験されることが  
 30  
 できる剪断力の極値の下で分散物の流動性を明らかにする。一定の剪断速度での粘度における変化は、本来のコロイドの不安定性のおかげで、ワックスの粒子の凝集の率を明らかにする。下の表は、異なる条件の下で測定された粘度を示す。

【 0 0 4 1 】

【表 3】

	3000秒 <sup>-1</sup> での 粘度	0.5秒 <sup>-1</sup> での 粘度	0.5秒 <sup>-1</sup> での粘度の 増加
	センチポアズ(cp)	センチポアズ	センチポアズ
Kraton D1118	4.2	1466	401
Kraton D1116	4.29	1721	832
Kraton D1102	5.5	1299	1733
Kraton D1184	5.84	1630	1602
Piccotoner 1221	5.75	2035	378
Tuftec P2000	2.97	363	194

40

重合体の分散剤の全ては、当該の発明のもの ( T u f t e c P 2 0 0 0 ) を除いて、低い及び高い剪断速度で、及び、特に低い剪断速度で、より高い粘度を示す。さらには、それらは、また、低い剪断速度での顕著な粘度の上昇を呈示するが、それらが綿状凝集をより被りがちなものであることを示唆するものである。

50

## 【 0 0 4 2 】

例 4 :

分散剤のレベルの効果

二つの分散剤 ( T u f t e c P 2 0 0 0 及び T u f t e c H 1 0 4 3 ) は、この例において使用された。合計の百分率の固体 ( 分散剤 + ワックス ) は、20 % でこれらの実験において一定なものに保たれた。分散剤のレベルの変動は、各々の分散剤について、ワックスの量に基礎が置かれた 5、10、及び 15 % であった。10 グラムの固体 ( P o l y w a x 5 0 0 + 分散剤 ) は、4 オンスのガラスのジャーにおいて 40 グラムのエチル = アセタートへ加えられた。35 ml の 2 mm のジルコニアのビードは、ジャーへ加えられたと共に、ジャーは、24 時間の間に振動させられた S w e c o ミルへ置かれた。ミリング期間の後に、分散物は、媒体から分離された。レオロジーは、例 3 におけるものと同じ剪断速度の掃引を使用することで、H a a k e のレオメーターにおいて測定された。下の表は、低い剪断速度、高い剪断速度で測定された粘度及び低い剪断速度で 5 分にわたる粘度変化を示す。

## 【 0 0 4 3 】

【表 4】

分散剤	ワックス グラム	分散剤 グラム	5秒-1で の粘度	3000 秒-1での 粘度	5秒-1で の5分内の 粘度変化
P2000	9.5	0.5	2909	3.9	1594
P2000	9	1	2118	9.95	2556
P2000	8.5	1.5	618	8.03	119
H1043	9.5	0.5	3680	11.5	1878
H1043	9	1	674	7	789
H1043	8.5	1.5	302	6.55	226

現行の発明の分散剤の両方と共に、ワックスの量に相対的な分散剤の量を増加させるとは、より多くの流体及びまた安定な分散物を提供する。

## 【 0 0 4 4 】

例 5 :

例 2 において当該の発明の三つのワックス及び分散剤で作られた分散物 ( 即ち、P o l y w a x 5 0 0 / T u f t e c P 2 0 0 0 , P o l y w a x 5 0 0 / T u f t e c H 1 0 4 3 , L i c o w a x F / T u f t e c P 2 0 0 0 , L i c o w a x F / T u f t e c H 1 0 4 3 , W E 3 / T u f t e c P 2 0 0 0、及び W E 3 / T u f t e c H 1 0 4 3 ) は、トナー粒子を調製するために使用された。

## 【 0 0 4 5 】

溶媒の相の調製 :

各々のトナーについては、溶媒の相は、( ポリエステルバインダーにおける 40 / 60 ) 銅フタロシアニンのシアンのフラッシュの 2 . 9 グラム、ポリエステルバインダー - K a o C o r p o r a t i o n によって作られた t u f t o n e N E 3 0 3 - の 19 . 3 ミリグラム、合計で 102 ミリグラムのワックス分散物及び溶媒、エチル = アセタートを混合することを含むものであった。加えられたワックス分散物の現実の量は、正確に 2 . 5 グラムのワックスを有するために計算されたが、それは、溶媒の相における合計の固体の百部当たりワックスの 10 部に対応する。

## 【 0 0 4 6 】

水性の相の調製

水性の相は、最初に 237 . 5 グラムの水に 1 . 5 グラムのフタル酸水素カリウム緩衝剤を溶解させることによって調製された。10 グラムの N a l c o 1 0 6 0 ( 50 nm

の粒子のサイズを備えた、コロイド状のシリカの50%溶液)及び促進剤としての0.15グラムのポリ(アジピン酸-c-o-メチルアミノエタノール)。

【0047】

分散物の調製

溶媒の相は、2000回転毎分におけるLab Silver sonミキサーを使用することで激しい混合を伴って水性の相へ加えられた。おおよそ1分の混合の後に、全体の分散物は、ホモジナイザーとしての、Microfluidics Microfluidizer H-110を通過させられた。均質化した後に、分散物は、エチル=アセタートの溶媒を取り除くために25mmHgの真空及び50℃の下で蒸発させられた。トナー粒子を含有する、結果として生じる分散物は、後に続くもののよう単離された：

10

分散物は、微細にフリット化されたガラスの漏斗を通じて最初に濾過された。粒子の湿ったケーキは、400mlの0.1NのKOHと一緒にビーカーへ移されたと共に、二時間の間にかき混ぜられたが、その後に、それは、もう一度濾過されたと共にケーキは、一時間の間に上記の量のアルカリ溶液で処理された。最終的な混合物は、濾過されたと共に、そして、濾液の導電率が10μS/cmより下であるところまでDI(脱イオン)水で洗浄された。ケーキは、十分な真空及び40℃の下で一晩中真空オープンにおいて乾燥させられた。粒子は、凝集塊を脱凝集させるためにふるいにかけてられたが、トナー粒子に帰着するものである。粒子のサイズの分布は、Coulter Multisizer IIを使用することで測定された。中央値の体積のサイズは、二つのパラメーターと一緒に報告される - 鮮鋭度指数は、数で重みをつけられた累積的な分布曲線からの50%対16%における直径の比として定義される、粗さ指数は、体積で重みをつけられた累積的な分布曲線からの84%対50%における直径の比として定義される。

20

【0048】

【数1】

$$\text{鮮鋭度指数 } FI = \frac{D_{50(\mu m)}}{D_{16(\mu m)}}$$

$$\text{粗さ指数 } CI = \frac{D_{84(vol)}}{D_{50(vol)}}$$

30

粗さ指数が、分布における大きめの粒子の尺度である一方で、鮮鋭度指数は、分布における小さめの粒子の尺度である。下の表は、当該の発明の分散剤を含有する分散物で調製された、10pphのワックスを含有するトナー粒子についての粒子のサイズのデータを示す。

【0049】

【表5】

ワックス タイプ	分散剤	体積メジアン μm	FI	CI
無し	無し	6.57	1.14	1.11
PW500	Tuftec P2000	7.11	1.18	1.12
PW500	H1043	7.43	1.28	1.19
Licowax-F	Tuftec P2000	4.29	1.27	1.19
Licowax-F	H1043	4.34	1.33	1.21
WE-3	Tuftec P2000	4.60	1.38	1.63
WE-3	H1043	3.83	1.26	1.76

40

当該の発明の分散剤は、大部分のワックスのタイプで適用可能なものであると共に、我

50

々は、それらと共にトナー粒子を作ることができるものである。

【 0 0 5 0 】

当該発明は、そのある一定の好適な実施形態に対する特定の参照と共に詳細に記載されてきたものであるが、しかし、変形及び変更が、当該発明の主旨及び範囲の内で果たされることができることは、理解されたことであると思われる。



## 【国際調査報告】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/US2007/013571

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. C08J3/205 C08L25/10 G03G9/08 G03G9/087  
ADD. C08L91/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
C08J C08L G03G

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	<p>DATABASE CA [Online] CHEMICAL ABSTRACTS SERVICE, COLUMBUS, OHIO, US; NAITO, AKIRA ET AL: "Thermal-transfer recording medium and manufacture thereof" XP002461083 retrieved from STN Database accession no. 2000:833162 abstract -&amp; JP 2000 326643 A (TOPPAN PRINTING CO., LTD., JAPAN) 28 November 2000 (2000-11-28)</p> <p style="text-align: center;">-/-</p>	1-19

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

## \* Special categories of cited documents:

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- \*Z\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

5 December 2007

Date of mailing of the international search report

11/01/2008

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Schütte, Maya

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No  
PCT/US2007/013571

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	<p>DATABASE CA [Online] CHEMICAL ABSTRACTS SERVICE, COLUMBUS, OHIO, US; SHIINA, YOSHIKI ET AL: "Thermal transfer printing material and manufacture thereof" XP002461084 retrieved from STN Database accession no. 2000:819117 abstract -&amp; JP 2000 318328 A (TOPPAN PRINTING CO., LTD., JAPAN) 21 November 2000 (2000-11-21) -----</p>	1-19

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International application No

PCT/US2007/013571

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 2000326643 A	28-11-2000	JP 3714029 B2	09-11-2005
JP 2000318328 A	21-11-2000	JP 3714027 B2	09-11-2005

## フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I	テーマコード(参考)
<b>C 0 8 K</b>	<b>5/10</b>	<b>(2006.01)</b>	C 0 8 K 5/10
<b>C 0 8 K</b>	<b>5/20</b>	<b>(2006.01)</b>	C 0 8 K 5/20

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(72)発明者 ヴァネップス, ローリー アン  
 アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 6 2 2 ロチェスター サンドリス・サークル 3 5  
 Fターム(参考) 2H005 AA06 AB03 CA03 CA13 CA14  
 4F070 AA08 AB01 AC34 AC43 AC47 AC75 AE09 AE28 FA04 FA05  
 FB06  
 4J002 AC111 AE032 BB032 BB122 BP011 EA016 EH036 EH046 EH146 EP016  
 EP026 EP036 FD176 GS00 HA08