

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6539185号  
(P6539185)

(45) 発行日 令和1年7月3日(2019.7.3)

(24) 登録日 令和1年6月14日(2019.6.14)

(51) Int.Cl.

F 1

C08J	3/12	(2006.01)	C08J	3/12	C F D Z
C08J	3/07	(2006.01)	C08J	3/07	C F D
G03G	9/08	(2006.01)	G03G	9/08	3 8 1
G03G	9/087	(2006.01)	G03G	9/087	
G03G	9/09	(2006.01)	G03G	9/09	

請求項の数 20 (全 17 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2015-215839 (P2015-215839)
(22) 出願日	平成27年11月2日 (2015.11.2)
(65) 公開番号	特開2016-94595 (P2016-94595A)
(43) 公開日	平成28年5月26日 (2016.5.26)
審査請求日	平成30年10月26日 (2018.10.26)
(31) 優先権主張番号	14/540,284
(32) 優先日	平成26年11月13日 (2014.11.13)
(33) 優先権主張国	米国 (US)

早期審査対象出願

(73) 特許権者	596170170 ゼロックス コーポレイション XEROX CORPORATION アメリカ合衆国 コネチカット州 068 51-1056 ノーウォーク メリット 7 201
(74) 代理人	110001210 特許業務法人 YKI 国際特許事務所
(72) 発明者	シージエン・リー アメリカ合衆国 ニューヨーク州 145 26 ペンフィールド スパロウ・ボウント 28

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】カラートナーを製造するための方法

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

着色した樹脂粒子を製造する方法であって、

(a) 均一な油中水(W/O)分散物が作成されるように、顔料およびポリエステル樹脂を、水と少なくとも1つの有機溶媒の混合物に溶解すること;

(b) 前記油中水分散物が、前記着色した樹脂粒子を含む水中油エマルションに変換されるように、水を添加することによって転相乳化を行うことと、  
を含む、方法。

## 【請求項 2】

前記有機溶媒が、メチルエチルケトン(MEK)、イソプロピルアルコール(IPA) 10  
またはこれらの混合物を含む、請求項1に記載の方法。

## 【請求項 3】

前記樹脂粒子を構成する樹脂が、さらに、ポリスチレン樹脂、ポリアクリレート樹脂またはこれらの組み合わせを含む、請求項1に記載の方法。

## 【請求項 4】

前記ポリエステル樹脂が、アモルファス樹脂、結晶性樹脂、または両者を含む、請求項1に記載の方法。

## 【請求項 5】

前記顔料がイエロー顔料を含む、請求項1に記載の方法。

## 【請求項 6】

前記顔料がピグメントイエロー-74を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項7】

前記樹脂が、Mwが35,000～150,000である高分子量樹脂、Mwが10,000～30,000である低分子量樹脂、または両者を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項8】

前記溶解すること、前記転相乳化を行うこと、または両者を、25～90の温度にて実施する、請求項1に記載の方法。

【請求項9】

顔料が、前記着色した樹脂粒子を用いて得られるトナーの重量に対して1重量%～30重量%の量で存在する、請求項1に記載の方法。 10

【請求項10】

前記溶解することに、中和剤の使用がさらに含まれる、請求項1に記載の方法。

【請求項11】

前記溶解することに、アンモニアの使用がさらに含まれる、請求項1に記載の方法。

【請求項12】

有機溶媒を前記水中油エマルションから分離することをさらに含む、請求項1に記載の方法。

【請求項13】

前記分離することに、有機溶媒を蒸留することが含まれる、請求項12に記載の方法。

【請求項14】

(i)さらなる着色剤が存在しない状態で、前記着色した樹脂粒子と、任意要素のワックスおよび任意要素の界面活性剤とを合わせ、トナー試薬エマルションを作成すること；

(ii)前記トナー試薬エマルションを、場合により凝集剤と共に40～100の温度で0.5時間～6時間保持し、凝集した粒子を作成すること；

(iii)前記凝集した粒子を処理し、その成長を止めること；

(iv)場合により、成長を止められた前記凝集した粒子をシェル樹脂で処理すること；

(v)場合により、工程(iii)または工程(iv)の前記凝集した粒子を融着し、着色したトナー粒子を作成すること、 30

をさらに含む、請求項1に記載の方法。

【請求項15】

前記トナー試薬エマルションが、アモルファス樹脂、結晶性樹脂、または両者を含む、請求項14に記載の方法。

【請求項16】

前記トナー試薬エマルションがワックスを含む、請求項14に記載の方法。

【請求項17】

前記工程(iii)に、凝集剤の使用が含まれる、請求項14に記載の方法。

【請求項18】

前記凝集した粒子がシェル樹脂で処理される、請求項14に記載の方法。 40

【請求項19】

前記工程(iii)の前記凝集した粒子を融着することを含む、請求項14に記載の方法。

【請求項20】

前記工程(iv)の前記凝集した粒子を融着することを含む、請求項14に記載の方法。

。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は、ポリエステル樹脂粒子を調製するための混合物に疎水性着色剤を組み込むこ 50

とによって、顔料分散物の必要性を避ける、着色したトナーを製造するための改良された方法に関する。ポリエステル樹脂粒子は、転相乳化（P I E）によって製造することができる。次いで、着色した樹脂粒子を使用してトナーを製造することができる。本明細書に開示されるプロセスは、ラテックスの製造効率を高め、トナーの顔料保持量を高め、ラテックスの製造費用を下げ、もっと効率的なトナーの製造をもたらす。

#### 【背景技術】

##### 【0002】

樹脂のラテックスエマルションは、水と有機溶媒（例えば、メチルエチルケトン（M E K）、イソプロピルアルコール（I P A）、または両者）の混合物に樹脂を溶解するP I Eを用いて製造され、均一な油中水（W / O）分散物（すなわち、連続的な油マトリックスに分散した水滴）を作成してもよい。その後、水を加え、分散物を安定な水中油（O / W）ラテックス（連続相として水）に変換する。

##### 【0003】

有機溶媒を除去し（例えば、減圧蒸留によって）、樹脂粒子を洗浄してもよく、界面活性剤および／または他の試薬（例えば、防腐剤）を加え、固体含有量が高い安定なラテックスを与えてよい。このようなラテックスを、例えば、トナー粒子を製造するための乳化凝集（E A）方法に使用してもよい（例えば、米国特許第5,853,943号、第5,902,710号；第5,910,387号；第5,916,725号；第5,919,595号；第5,925,488号、第5,977,210号および第5,994,020号、および米国特許公開第2008/0107989号を参照）。

##### 【0004】

従来の顔料は、一般的に疎水性であり、界面活性剤を用いて水に分散させ、E Aに使用するための均一な分散物を製造しなければならない。しかし、乾燥顔料の分散物は、費用が高く、エネルギー必要量が多く、サイクル時間が延び、トナーの製造費用が高くなる。

##### 【0005】

顔料分散物を製造する必要性を避け、製造費用を下げつつ、ラテックス製造およびトナー製造を向上させるプロセスを開発することが有益であろう。

#### 【発明の概要】

##### 【課題を解決するための手段】

##### 【0006】

本開示は、転相乳化によってポリエステルラテックスを調製するときの顔料の組み込みまたはカプセル化の改良されたプロセスを記載する。このプロセスは、疎水性着色剤（例えば、顔料）を、ポリエステル樹脂と共に有機溶媒に溶解し、P I Eを行って着色したポリエステル樹脂を製造することを含む。この方法は、水系プロセス（例えば、トナーを製造するためのE A方法）で使用するための界面活性剤を用いた水溶液に顔料を分散させる必要を回避する。

##### 【0007】

多くの有機顔料を、有機溶媒、例えば、メチルエチルケトン（M E K）に溶解することができ、一般的に、これをP I Eに使用し、ポリエステルラテックスを製造する。従って、目的の主題は、着色したポリエステル樹脂を与え、これを使用してトナーを製造することができる。

##### 【0008】

特段の指示がない限り、本明細書および特許請求の範囲で使用される量、条件などを表現するあらゆる数字は、あらゆる場合に「約」という用語で修正されていると理解すべきである。「約」は、述べられている値の10%以下の変位を示すことを意味する。さらに、本明細書で使用する場合、「等価」、「同様」、「本質的に」、「実質的に」、「おおよそ」、「～と合う」という用語またはこれらの文法的な变形語は、一般的に受け入れられる定義を有するか、または少なくとも「約」と同じ意味であると理解される。

##### 【0009】

本明細書で使用する場合、「商業的な」は、ベンチスケールより大きく、パイロットス

10

20

30

40

50

ケールより大きなトナー製造スケールに関する。乾燥トナーという観点で、商業的なスケールの乾燥トナーは、1回の実施において、約100kgより多い量、約200kgより多い量、約300kgより多い量、約400kgより多い量、約500kgより多い量、約600kgより多い量、約700kgより多い量、約800kgより多い量、約900kgより多い量、約1000kgより多い量、約1250kgより多い量、約1500kgより多い量、約1750kgより多い量、約2000kgより多い量、約2250kgより多い量、約2500kgより多い量、約2750kgより多い量、約3000kgより多い量、約3250kgより多い量、約3500kgより多い量、またはこれより多い量で製造される。バッチ反応という観点で、商業的な製造は、大きさおよび量において、少なくとも約1000g a l、少なくとも約1250g a l、少なくとも約1500g a l、少なくとも約1750g a l、少なくとも約2000g a l、少なくとも約2250g a l、少なくとも約2500g a l、少なくとも約2750g a l、少なくとも約3000g a l、またはこれより多い量の反応器で行う。  
10

#### 【発明を実施するための形態】

##### 【0010】

###### 樹脂

本開示のラテックスエマルションを作成するときに、任意の樹脂を利用してもよい。樹脂は、例えば、米国特許第6,593,049号および米国特許第6,756,176号に記載される樹脂を含むポリエステル樹脂、スチレン樹脂、アクリレート樹脂などであってもよい。適切な樹脂は、米国特許第6,830,860号に記載されるようなアモルファスポリエステル樹脂と結晶性ポリエステル樹脂の混合物も含んでいてもよい。  
20 適切な樹脂は、高分子量(HMW)樹脂と低分子量(LMW)樹脂の混合物を含んでいてもよい。

##### 【0011】

樹脂は、任意要素の触媒存在下、ポリオールとポリ酸を反応させることによって作られるポリエステル樹脂であってもよい。ポリオールは、例えば、樹脂の約40～約60モル%、約42～約55モル%、約45～約53モル%の量になるように選択されてもよい。ポリ酸は、例えば、樹脂の約40～約60モル%、約42～約52モル%、約45～約53モル%の量になるように選択されてもよい。

##### 【0012】

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ときに、重縮合触媒を利用してもよく、重縮合触媒としては、チタン酸テトラアルキル、ジアルキルスズオキシド(例えば、ジブチルスズオキシド)、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(例えば、ブチルスズオキシド水酸化物)、アルミニウムアルコキシド、アルキル亜鉛、ジアルキル亜鉛、酸化亜鉛、酸化第一スズ、またはこれらの組み合わせが挙げられる。このような触媒は、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%の量で利用されてもよい。  
30

##### 【0013】

樹脂は、例えば、トナー成分の約1～約20重量%、トナー成分の約2～約15重量%の量で存在していてもよい。樹脂は、種々の融点を有していてもよく、例えば、融点が約30～約120、約50～約90であってもよい。樹脂は、ゲル浸透クロマトグラフィー(GPC)によって測定する場合、数平均分子量(Mn)が、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(Mw)が、GPCによって決定する場合、例えば、約2,000～約100,000、約3,000～約80,000であってもよい。樹脂の分子量分布(Mw/Mn)は、例えば、約2～約6、約3～約5であってもよい。  
40

##### 【0014】

1種類、2種類、またはそれより多種類の樹脂を使用してもよい。2種類以上の樹脂を使用する場合、樹脂は、任意の適切な比率(例えば、重量比)であってもよく、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  
50

樹脂)、いくつかの実施形態では、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。

#### 【0015】

本開示の適切なトナーは、2種類のアモルファスポリエステル樹脂と、1種類の結晶性ポリエステル樹脂とを含んでいてもよい。この3種類の樹脂の重量比は、約 30% の第 1 のアモルファス樹脂 / 65% の第 2 のアモルファス樹脂 / 5% の結晶性樹脂から、約 60% の第 1 のアモルファス樹脂 / 20% の第 2 のアモルファス樹脂 / 20% の結晶性樹脂までであってもよい。

#### 【0016】

本開示の適切なトナーは、高分子量樹脂および低分子量樹脂の少なくとも 2種類のアモルファスポリエステル樹脂を含んでいてもよい。本明細書で使用する場合、HMWアモルファス樹脂は、Mwが、約 35,000 ~ 約 150,000、約 45,000 ~ 約 140,000 であってもよく、LMWアモルファス樹脂は、MWが約 10,000 ~ 約 30,000、約 15,000 ~ 約 25,000 であってもよい。HMW樹脂とLMW樹脂の重量比は、約 10% の第 1 のアモルファス樹脂 / 90% の第 2 のアモルファス樹脂から、約 90% の第 1 のアモルファス樹脂 / 10% の第 2 のアモルファス樹脂までであってもよい。

#### 【0017】

樹脂は、酸性基を有していてもよく、いくつかの実施形態では、ポリマー末端に存在していてもよい。酸性基としては、カルボン酸性基などが挙げられる。酸性基の数は、樹脂を作成するために利用される材料および反応条件を調節することによって制御されてもよい。使用(例えば、可溶化)を容易にするために、酸性基を塩基性薬剤を用いて中和してもよい。樹脂は、酸価が、約 2mg ~ 約 200mg KOH / 樹脂の g 数、約 5mg ~ 約 50mg、約 10mg ~ 約 15mg KOH / 樹脂の g 数であってもよい。

#### 【0018】

トナーを製造するために使用可能な他の適切な樹脂は、スチレン、アクリレート、例えば、アクリル酸アルキル、例えば、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸ブチル、イソアクリル酸ブチル、アクリル酸ドデシル、アクリル酸 n - オクチル、アクリル酸 n - ブチル、アクリル酸 2 - クロロエチル； - カルボキシエチルアクリレート (- CEA)、アクリル酸フェニル、メタクリレート、ブタジエン、イソブレン、アクリル酸、アクリロニトリル、スチレンアクリレート、スチレンブタジエン、スチレンメタクリレートなど、例えば、 - クロロアクリル酸メチル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸ブチル、ブタジエン、イソブレン、メタアクリロニトリル、アクリロニトリル、ビニルエーテル、例えば、ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル、ビニルエチルエーテルなど；ビニルエステル、例えば、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、安息香酸ビニルおよび酪酸ビニル；ビニルケトン、例えば、ビニルメチルケトン、ビニルヘキシルケトン、メチルイソプロペニルケトンなど；ハロゲン化ビニリデン、例えば、塩化ビニリデン、ビニリデンクロロフルオリドなど；N - ビニルインドール、N - ビニルビロリドン、メタクリレート、アクリル酸、メタクリル酸、アクリルアミド、メタクリルアミド、ビニルビリジン、ビニルビロリドン、ビニル - N - メチルビリジニウムクロリド、ビニルナフタレン、p - クロロスチレン、塩化ビニル、臭化ビニル、フッ化ビニル、エチレン、プロピレン、ブチレン、イソブチレンおよびこれらの混合物を含む。モノマーの混合物を使用し、コポリマー、例えば、ブロックコポリマー、交互コポリマー、グラフトコポリマーなどを製造してもよい。

#### 【0019】

##### 溶媒

例えば、アルコール、エステル、エーテル、ケトン、アミン、およびこれらの組み合わせを含め、例えば、樹脂の約 30 重量 % ~ 約 400 重量 %、樹脂の約 40 重量 % ~ 約 250 重量 %、樹脂の約 50 重量 % ~ 約 100 重量 % の量の任意の適切な有機溶媒を使用し、樹脂および疎水性着色剤(例えば、顔料)を溶解してもよい。

10

20

30

40

50

**【0020】**

適切な有機溶媒としては、例えば、メタノール、エタノール、プロパノール、IPA、ブタノール、酢酸エチル、MEK、およびこれらの組み合わせが挙げられる。いくつかの実施形態では、有機溶媒は、水に不混和性であってもよく、沸点が約30～約120であってもよく、除去の後のラテックス生成を向上させるために、もっと下げるよう、例えば、樹脂のTgより低くなるように、選択されてもよい。いくつかの実施形態では、少なくとも2種類の溶媒を使用するとき、溶媒の比率は、約1：2～約1：1.5、約1：2.5～約1：1.2.5、約1：3～約1：1.0であってもよいが、他の比率を設計上の選択肢として使用してもよい。

**【0021】****中和剤**

場合により、樹脂を弱塩基、バッファーまたは中和剤と混合してもよい。いくつかの実施形態では、中和剤を使用し、樹脂の酸性基を中和してもよく、そのため、本明細書の中和剤は、本明細書の供給源であれ、または内容物であれ、「塩基性中和剤」または「塩基性薬剤」とも呼ばれることがある。本開示に従って、任意の適切な塩基性中和試薬を使用してもよい。適切な薬剤としては、無機塩基性剤および有機塩基性剤を含んでいてもよい。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を挙げることができる。

**【0022】**

上述の塩基性中和剤を、酸性基を有する樹脂と組み合わせて利用するとき、約25%～約300%、約50%～約200%の中和率が達成されてもよい。いくつかの実施形態では、中和率は、樹脂中に存在する酸性基に対する、塩基性中和剤を用いて与えられる塩基性基のモル比に、100%を掛け算して計算されてもよい。

**【0023】**

塩基性中和剤の添加によって、酸性基を有する樹脂を含むエマルションのpHを約5～約12、約6～約11まで上げてもよい。酸性基の中和は、エマルションの生成を向上させるだろう。

**【0024】**

本開示に従って作られたエマルションは、所定量の水、いくつかの実施形態では、転相を起こすか、および/または樹脂を溶融または軟化する量および温度（約25～約120、約35～約80）の脱イオン水（DIWまたはDI水）を含む。

**【0025】****界面活性剤**

本開示のプロセスは、例えば、エマルション中、分散物中などで、試薬を組み合わせる前または組み合わせている間に、場合により高温で樹脂に界面活性剤を加えることを含んでもよい。樹脂を高温で混合する前に、界面活性剤を加えてもよい。

**【0026】**

界面活性剤を任意の望ましい量または有効な量で、例えば、分散物を調製するために使用される乾燥重量または濡れた重量の試薬の少なくとも約0.01%、分散物を調製するために使用される乾燥重量または濡れた重量の試薬の少なくとも約0.1%、乾燥重量または濡れた重量の約10%以下、乾燥重量または濡れた重量の約5%以下の量で含むが、この量は、これらの範囲からはずれていてもよい。

**【0027】**

界面活性剤が利用される場合、樹脂エマルションまたは分散物は、1種類、2種類またはそれ以上の界面活性剤を含んでいてもよい。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、固体として加えられてもよく、または、約5重量%～約100重量%（純粋な界面活性剤）の濃度で、約10重量%～約95重量%の濃度で液体として加えられてもよ

10

20

30

40

50

い。

### 【0028】

#### 着色剤

種々の既知の着色剤、例えば、顔料、染料、またはこれらの混合物は、トナー中に有効な量で、例えば、トナーの約1～約30重量%、または約2～約25重量%、または約3～約20重量%の量で存在していてもよく、ブラック、シアン、バイオレット、マゼンタ、オレンジ、イエロー、レッド、グリーン、ブラウン、ブルーまたはこれらの混合物を含むように選択されてもよい。

### 【0029】

黒色顔料の例としては、カーボンブラック、酸化銅、二酸化マンガン、アニリンブラック、活性炭、Regal 330、非磁性フェライトおよびマグネタイトなどが挙げられ、マグネタイトは、特に、唯一の着色剤成分として存在する場合、トナーの約70重量%までの量で選択されてもよい。しかし、いくつかの実施形態では、トナーは、非磁性である。

### 【0030】

ブルー顔料の具体例としては、Prussian Blue、コバルトブルー、Alkali Blue Lake、Victoria Blue Lake、Fast Sky Blue、Indanthrene Blue BC、Aniline Blue、Ultramarine Blue、Calco Oil Blue、Methylene Blue Chloride、Phthalocyanine Blue、Phthalocyanine GreenおよびMalachite Green Oxalate、またはこれらの混合物が挙げられる。顔料として使用可能なシアンの具体例としては、Pigment Blue 15:1、Pigment Blue 15:2、Pigment Blue 15:3およびPigment Blue 15:4、銅テトラ(オクタデシルスルホニアミド)フタロシアニン、Color IndexでCI 74160として列挙されるx-銅フタロシアニン顔料、CI Pigment BlueおよびAnthraethene Blue(Color IndexでCI 69810として特定される)、Special Blue X-2137などが挙げられる。

### 【0031】

グリーン顔料の例としては、Pigment Green 36、Pigment Green 7、酸化クロム、クロムグリーン、Pigment Green、Malachite Green LakeおよびFinal Yellow Green Gが挙げられる。

### 【0032】

レッド顔料またはマゼンタ顔料の例としては、赤色酸化鉄、カドミウムレッド、赤色酸化鉛、硫化水銀、Watchyoung Red、Permanent Red 4R、Lithol Red、Naphthol Red、Brilliant Carmine 3B、Brilliant Carmine 6B、Du Pont Oil Red、Pyrazolone Red、Rhodamine B Lake、Lake Red C、Rose Bengal、Eoxine RedおよびAlizarin Lakeが挙げられる。選択可能なマゼンタの具体例としては、例えば、Pigment Red 49:1、Pigment Red 81、Pigment Red 122、Pigment Red 185、Pigment Red 238、Pigment Red 269、Pigment Red 57:Color IndexでCI 60710として特定される1,2,9-ジメチル置換キナクリドンおよびアントラキノン染料、Color IndexでCI 26050として特定されるジアゾ染料であるCI Dispersed Red 15、CI Solvent Red 19などである。

### 【0033】

10

20

30

40

50

バイオレット顔料の例としては、マンガンバイオレット、Fast Violet B およびMethyl Violet Lake、Pigment Violet 19、Pigment Violet 23、Pigment Violet 27およびこれらの混合物が挙げられる。

#### 【0034】

オレンジ顔料の具体例としては、Pigment Orange 34、Pigment Orange 5、Pigment Orange 13、Pigment Orange 16などが挙げられる。他のオレンジ顔料としては、レッドクロムイエロー、モリブデンオレンジ、Permanent Orange GTR、Pyrazolone Orange、Vulkan Orange、Benzidine Orange G 10、Indanethrene Brilliant Orange RKおよびIndanethrene Brilliant Orange GKが挙げられる。

#### 【0035】

イエロー顔料の具体例は、Pigment Yellow (PY) 17、Pigment Yellow 74、Pigment Yellow 83、Pigment Yellow 93、Yellow 180、Yellow 185などが挙げられる。イエロー顔料の他の具体例としては、黄色クロム、黄色亜鉛、黄色酸化鉄、黄色カドミウム、黄色クロム、Hansa Yellow、Hansa Yellow 10G、Hansa Brilliant Yellow、Benzidine Yellow G、Benzidine Yellow GR、Suren Yellow、Quinoline Yellow、Permanent Yellow NCGが挙げられる。ジアリードイエロー-3，3-ジクロロベンジデンアセトアセトアニリド (Color IndexでCI 12700として特定されるモノアゾ顔料)、CI Solvent Yellow 16 (Color IndexでForon イエロー-SE/GLNとして特定されるニトロフェニルアミンスルホニアミド)、CI Dispersed Yellow 33 2,5-ジメトキシ-4-スルホニアニリドフェニルアゾ-4'-クロロ-2,5-ジメトキシアセトアセトアニリドおよびPermanent Yellow FG-Lが挙げられる。

#### 【0036】

白色顔料の例としては、Pigment White 6、白色亜鉛、酸化チタン、白色アンチモンおよび硫化亜鉛が挙げられる。

#### 【0037】

本明細書で使用するための着色剤としては、1種類以上の顔料、1つ以上の染料、顔料と染料の混合物、顔料混合物、染料混合物などを挙げることができる。着色剤は、単一で使用されるか、または混合物として使用される。

#### 【0038】

染料の例としては、さまざまな種類の染料、例えば、塩基性、酸性、分散物および直接染料、例えば、ニグロシン、Methylene Blue、Rose Bengal、Quinoline YellowおよびUltramarine Blueが挙げられる。

#### 【0039】

着色剤粒子の分散物は、回転剪断ホモジナイザ、媒体分散装置、例えば、ボールミル、サンドミルおよびアトライタ、高圧カウンター衝突分散装置を用いて調製することができる。極性を有する界面活性剤を用いることによって、ホモジナイザを用い、着色剤を水系に分散させることができる。

#### 【0040】

着色剤は、色相角、彩度、明度、耐候性、オーバーヘッドプロジェクタ (OHP) 透明性およびトナーへの分散性の観点から選択されてもよい。トナー中の着色剤分子が、100 ~ 330 nm のメジアン直径を有する場合には、OHP 透明性および着色特性を保証することができる。着色剤粒子のメジアン直径は、例えば、レーザ回折粒径測定装置 (Mi 50

c r o T r a c U P A 1 5 0 、 M i c r o T r a c I n c . 製) によって測定することができる。

#### 【 0 0 4 1 】

##### ラテックスの処理

本プロセスは、任意の既知の手段によって、場合により、室温 (R T) より高い温度で、少なくとも 1 つの樹脂、少なくとも 1 つの疎水性着色剤、少なくとも 1 つの有機溶媒、場合により界面活性剤および場合により中和剤を含む混合物を作成し、着色したポリエステルラテックスエマルションを作成することを含む。合わせるか、または混合する前に、樹脂をあらかじめブレンドしておいてもよい。いくつかの実施形態では、混合物を作成するための高い温度は、樹脂の  $T_g$  付近または  $T_g$  より上である。ポリエステルに加え、例えば、アクリレート、スチレンなどの任意の他の樹脂が含まれていてもよい。

10

#### 【 0 0 4 2 】

従って、本開示のプロセスは、少なくとも 1 つのポリエステル樹脂、少なくとも 1 つの疎水性着色剤（例えば、顔料）と有機溶媒とを接触させて樹脂混合物を作成することと、場合により、樹脂混合物を高温まで加熱することと、混合物を攪拌することと、場合により、中和剤を加えて樹脂の酸性基を中和することと、転相が起こるまで水を加え、転相したラテックスエマルションを作成することと、溶媒を除去し、例えば、多分散性が小さく、微粒子の割合が低く、粗粒子の割合が低く、削られた粒子表面を有するなどの着色したポリエステルラテックスを製造することとを含んでいてもよい。着色したラテックスを、例えば、脱イオン水 (D I W) で洗浄してもよい。

20

#### 【 0 0 4 3 】

転相プロセスにおいて、ポリエステル樹脂を低沸点有機溶媒に溶解してもよく、溶媒は、溶媒中の樹脂の濃度が約 1 重量 % ~ 約 7 5 重量 %、約 5 重量 % ~ 約 6 0 重量 % では水に混和性であるか、または部分的に混和性である。着色剤を約 0 . 1 重量 % ~ 約 2 0 重量 %、約 0 . 2 重量 % ~ 約 1 5 重量 %、約 0 . 3 重量 % ~ 約 1 0 重量 % の量で加えるが、これらの範囲からはずれた量を使用してもよい。次いで、樹脂混合物を、約 2 5 ~ 約 9 0 、約 3 0 ~ 約 8 5 の温度まで加熱してもよい。加熱は、一定温度に維持する必要はないが、変動してもよい。例えば、加熱は、望ましい温度に達するまで、ゆっくりと温度を上げてもよく、または、段階的に上げてもよい。

30

#### 【 0 0 4 4 】

水を、例えば、2 回に分けて加え、転相によって、着色したポリエステル樹脂粒子の均一な水分散物を作成してもよい。水をボーラスとして加え、時間をかけて計量してもよい。

#### 【 0 0 4 5 】

有機溶媒を、例えば、加熱および / または減圧蒸留によって留去してもよい。加熱は、エマルション中の樹脂の  $T_g$  より高い温度であってもよい。溶媒は、このような温度で除去する準備ができるように選択されてもよく、すなわち、エマルションから除去する準備ができるように、樹脂の  $T_g$  より低い沸点、樹脂の  $T_g$  と同じ沸点、または樹脂の  $T_g$  に近い沸点を有する溶媒を選択してもよい。

40

#### 【 0 0 4 6 】

いくつかの実施形態では、樹脂と溶媒の比率は、約 8 : 1 ~ 約 3 : 1 であってもよい。2 種類の溶媒を使用し、L M W 樹脂が含まれる場合、L M W 樹脂と、第 1 の樹脂と、第 2 の溶媒の比率は、例えば、約 1 0 : 6 : 1 . 5 であってもよい。H M W 樹脂が 2 種類の溶媒と共に含まれる場合、H M W 樹脂と、第 1 の樹脂と、第 2 の溶媒の比率は、例えば、約 1 0 : 8 : 2 であってもよいが、これと異なる比率を使用してもよい。

#### 【 0 0 4 7 】

混合温度は、約 3 5 ~ 約 1 0 0 、約 4 0 C ~ 約 9 0 、約 5 0 ~ 約 7 0 であってもよい。

#### 【 0 0 4 8 】

樹脂、着色剤、任意要素の中和剤および任意要素の界面活性剤を合わせたら、次いで、

50

混合物を、第1の部分の水と接触させ、W/Oエマルションを作成してもよい。水を加え、固体分含有量が約5%～約60%、約10%～約50%のラテックスを作成してもよい。水温をもっと高くすると、溶解を促進し得るが、ラテックスは、RT程度の低温で作成されてもよい。いくつかの実施形態では、水温は、約40～約110、約50～約90であってもよい。

#### 【0049】

第1の部分の水を含む水の量は、W/Oエマルションを作成するのに適切な量である。転相は、有機相と水相の比率が約1:1(w/wまたはv/v)で起こり得る。従って、第1の部分の水は、一般的に、最終的なエマルションの合計体積または合計重量の約50%未満を含む。第1の部分の水は、有機相の体積または重量の約95%未満、約90%未満、約85%未満、またはもっと少なくてもよい。適切なW/Oエマルションが生成する限り、第1の部分にもっと少ない量の水を使用してもよい。10

#### 【0050】

任意要素のアルカリ性水溶液または塩基性剤、任意要素の界面活性剤および第2の部分の水を加えると、転相が起こり、樹脂組成物の溶融した成分を含む液滴を含む分散した相と、水を含む連続相とを含む転相した(O/W)エマルションを生成する。

#### 【0051】

いくつかの実施形態では、当業者の技術の範囲内にある任意の手段を利用して混合を行ってもよい。例えば、アンカーブレードインペラを備えたガラスケトル、押出成形機、すなわち、ツインスクリュー型押出成形機、ニーダー、例えば、Haakeミキサー、バッチ反応器、または粘性材料を密に混合し、ほぼ均一または均一な混合物を作成することができる任意の他のデバイスで混合を行ってもよい。いくつかの実施形態では、反応を、マイクロ反応器または少量の全体溶液の連続した反応器で行ってもよく、材料を、例えば、特定の調節可能な速度で、例えば、円筒形または管状のデバイスに流してもよい。20

#### 【0052】

攪拌は必須ではないが、攪拌を利用し、ラテックスの生成を促進してもよい。任意の適切な攪拌デバイスを利用してよい。いくつかの実施形態では、毎分約10回転(rpm)～約5,000rpm、約20rpm～約2,000rpm、約50rpm～約1,000rpmの速度で攪拌してもよい。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、混合物の加熱が均一になるにつれて、攪拌速度を上げてもよく、または下げてもよい。いくつかの実施形態では、ホモジナイザ(つまり、高剪断デバイス)を利用し、転相したエマルションを作成してもよい。利用する場合、ホモジナイザを約3,000rpm～約10,000rpmの速度で操作してもよい。30

#### 【0053】

転相点は、エマルションの成分、加熱温度、攪拌速度などによって変わり得るが、得られる樹脂が、エマルションの約5質量%～約70質量%、約20質量%～約65質量%、約30質量%～約60質量%の量で存在するように任意要素の塩基性中和剤、任意要素の界面活性剤および水を加えると、一般的に、水の量が有機溶媒の量を超えると、転相が起ころう。

#### 【0054】

転相の後、さらなる任意要素の界面活性剤、水および任意要素のアルカリ性水溶液を加え、転相エマルションを希釈してもよい。40

#### 【0055】

減圧下で、例えば、大気圧より低い圧力で、溶媒の蒸気圧より低い圧力などで、溶媒を除去してもよい。高温で除去を行ってもよい。

#### 【0056】

エマルションを攪拌しつつ、高温でおよび/または真空下で蒸留を行い、溶媒除去を迅速化し、粒子表面を削ってもよい。高温は、Tgより高いか、または樹脂の融点より高く、および/または溶媒の沸点付近である。

#### 【0057】

10

20

30

40

50

例えば、ジャケットを用い、エマルションを含む容器の外側表面に適用することによって、加熱を行ってもよい。ジャケットの温度は、高温、すなわち、樹脂の  $T_g$  より高い温度である。加熱デバイスは、容器の壁を高温にし、次いで、容器に含まれるエマルションへと通る。容器の内容物が攪拌下にあるため、一般的に、容器の内側表面に隣接する流体層は、加熱手段の高温を取り入れる。質量の作用、エマルションの攪拌、機械攪拌、混合などによってエマルションの中央部分に熱が通っていく。その周囲の溶媒が、まず、溶媒の沸点に近い温度、沸点、または沸点より高い温度まで加熱されるため、これらの溶媒分子が蒸発し、その熱が、蒸発した溶媒に運ばれる。このようにして、熱は、蒸発した溶媒から気相に移り、エマルションの温度を下げる。その結果、エマルションの全体的なバッチ温度が、適用される高温よりも約 20 度低くなり得る。本明細書で記載するレベルで、設計上の選択肢として、使用される樹脂、使用される溶媒などに依存して、加熱デバイスの温度を調節し、全体的なエマルション温度の望ましい平均を得ることができる。

10

#### 【0058】

材料が塔または管を通る連続した反応器で行われると、例えば、エマルションの加熱は、もっと均一であり、溶媒および／または水の除去がもっと効率的であってもよい。

#### 【0059】

十分な溶媒が除去されると（既知の分析技術、例えば、ガスクロマトグラフィー（GC）によって決定することができる）、蒸留を中断し、ラテックスが得られる。既知の方法（例えば、蒸留、濾過、遠心分離など）によって水性液体を除去してもよい。次いで、当該技術分野で知られているように、粒子を洗浄などする。ポリエステル樹脂粒子は、もっと迅速に製造され、着色され、トナーでの使用に適しており、トナーの製造を、特に商業的なスケールで促進し、向上させる品質を有する。

20

#### 【0060】

ポリエステル樹脂エマルションの望ましい特性（すなわち、色、粒径、例えば、約 300 nm 未満、約 250 nm、約 200 nm、および低い残留溶媒レベル）は、溶媒、中和剤の濃度、処理パラメータ（すなわち、反応器の温度、減圧および処理時間）などを調節することによって達成されるだろう。

#### 【0061】

##### トナー

次いで、得られる着色ラテックスを利用して、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。適切なプロセス、いくつかの実施形態では、EA および融着プロセスによって、ラテックスエマルションを、例えば、さらなる着色剤（場合により、分散物で）、場合により、ワックス（場合により、分散物で）、場合により、別の樹脂および他の添加剤と接触させ、トナーを作成してもよい。

30

#### 【0062】

##### ワックス

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任意要素の着色剤と合わせてもよい。ワックスは、ワックス分散物で与えられてもよく、1種類のワックスまたは2種類以上の異なるワックスの混合物を含んでいてもよい。

#### 【0063】

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 質量 % ~ 約 25 質量 %、トナー粒子の約 5 質量 % ~ 約 20 質量 % の量で存在していてもよいが、ワックスの量は、これらの範囲からはずれていてもよい。選択可能なワックスとしては、例えば、平均分子量が約 500 ~ 約 20,000、約 1,000 ~ 約 10,000 のワックスが挙げられる。

40

#### 【0064】

使用可能なワックスとしては、例えば、ポリオレフィン、例えば、直鎖ポリエチレンワックスおよび分枝鎖ポリエチレンワックスを含むポリエチレン、直鎖ポリプロピレンワックスおよび分枝鎖ポリプロピレンワックスを含むポリプロピレン、ポリエチレン / アミド、ポリエチレンテトラフルオロエチレン、ポリエチレンテトラフルオロエチレン / アミド

50

、天然に生じるワックス、例えば、植物源または動物源から得られるもの、およびポリブテンワックスが挙げられる。いくつかの実施形態では、上述のワックスの混合物および組み合わせを使用してもよい。いくつかの実施形態では、ワックスは、結晶性または非結晶性であってもよい。

#### 【0065】

いくつかの実施形態では、ワックスが、1つ以上の水系エマルションまたは固体ワックスの水分散物の形態でトナーに組み込まれてもよく、例えば、固体ワックスの粒径は、約100～約500nmの範囲であってもよい。

#### 【0066】

##### トナーの調製

10

トナー組成物は、EAプロセスによって、例えば、着色した樹脂と、任意要素のワックスと、任意要素のさらなる着色剤と、任意の他の望ましい添加剤または必要な添加剤の混合物を凝集し、場合により界面活性剤を含むことを含むプロセスによって調製される。例えば、酢酸、硝酸などの酸、または緩衝剤によって、得られた混合物のpHを調節してもよい。さらに、いくつかの実施形態では、混合物を均質化してもよい。混合物を均質化する場合、例えば、約600～約6000ppmで混合してもよい。任意の適切な手段（例えば、IKA ULTRA TURRAX T50プロープホモジナイザー）を用いて、均質化を達成してもよい。

#### 【0067】

上の混合物を調製した後、凝集剤（または凝集物質）を混合物に加えてもよい。任意の適切な凝集剤を利用してトナーを作成してもよい。適切な凝集剤としては、例えば、二価カチオンまたは多価カチオンの材料の水溶液が挙げられる。凝集剤は、例えば、無機カチオン性凝集剤、例えば、ポリハロゲン化アルミニウム、例えば、ポリ塩化アルミニウム（PAC）、または対応する臭化物、フッ化物またはヨウ化物、ポリケイ酸アルミニウム、例えば、ポリアルミニウムスルホシリケート（PASS）および水溶性金属塩（塩化アルミニウム、亜硝酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、硫酸カリウムアルミニウム、酢酸カルシウム、塩化カルシウム、亜硝酸カルシウム、シュウ酸カルシウム、硫酸カルシウム、酢酸マグネシウム、硝酸マグネシウム、硫酸マグネシウム、酢酸亜鉛、硝酸亜鉛、硫酸亜鉛、塩化亜鉛、臭化亜鉛、臭化マグネシウム、塩化銅、硫酸銅を含む）、およびこれらの組み合わせであってもよい。

20

#### 【0068】

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。凝集剤を、例えば、混合物中の樹脂の約0.1質量%～約10質量%、約0.2%～約8質量%、約0.3質量%～約5質量%の量で、トナーを作成するために利用される混合物に加えてもよい。

30

#### 【0069】

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。例えば、平均粒径の場合、COULTER COUNTERを用い、成長プロセス中に粒径を監視してもよい。このように、高温に維持するか、または、例えば約40～約100の温度までゆっくりと上げ、この温度で、攪拌を維持しつつ、混合物を約0.5時間～約6時間、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。望ましい粒径に達したら、任意要素のシェル樹脂を加えてもよい。

40

#### 【0070】

##### シェル

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コーティングを塗布し、粒子表面にシェルを形成させてもよい。任意の上述の樹脂または当該技術分野で知られているような樹脂を任意の適切な量でシェルに利用してもよい。

#### 【0071】

当該技術分野の範囲内にある任意の方法によって、凝集した粒子にシェル樹脂を塗布してもよい。いくつかの実施形態では、シェルを作成するために利用される樹脂は、上述の

50

任意の界面活性剤を含むエマルションの状態であってもよい。

**【0072】**

凝集した粒子の上へのシェルの作成は、約30～約80、約35～約70の温度まで加熱しつつ行ってもよい。シェルの作成は、約5分～約10時間、約10分～約5時間行ってもよい。

**【0073】**

シェルは、ラテックス粒子の約10重量%～約40重量%、ラテックス粒子の約20重量%～約35重量%の量で存在していてもよい。

**【0074】**

トナー粒子の望ましい最終粒径に到達したら、塩基またはバッファーを用いて混合物のpHを約3～約10、約5～約9の値になるまで調節してもよい。トナー粒子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など）、およびこれらの組み合わせなどを挙げることができる。いくつかの実施形態では、pHを所望の値まで調整しやすくするために、キレート化剤（例えば、エチレンジアミン四酢酸（EDTA））を加えてよい。

10

**【0075】**

融着

望ましい粒径になるまで凝集させ、任意要素のシェルを塗布した後、望ましい最終形状になるまで粒子を融着させてもよく、融着は、例えば、混合物を約45～約100、約55～約99の温度（この温度は、トナー粒子を作成するために使用される樹脂のTg以上の温度であってもよい）まで加熱することによって行われてもよい。融着は、約0.01～約9時間、約0.1時間～約4時間で行われてもよい。

20

**【0076】**

凝集および／または融着の後、混合物をRT（例えば、約20～約25）まで冷却してもよい。所望な場合、迅速に冷却してもよく、またはゆっくりと冷却してもよい。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よい。冷却した後、トナー粒子を、場合により、水で洗浄し、その後乾燥させてもよい。例えば、凍結乾燥を含め、任意の適切な乾燥方法によって乾燥を行ってもよい。

30

**【0077】**

添加剤

いくつかの実施形態では、トナー粒子は、所望な場合または必要な場合、他の任意要素の添加剤も含んでいてよい。例えば、トナーは、正電荷制御剤または負電荷制御剤を、例えば、トナーの約0.1～約10質量%、約1～約3質量%の量で含んでいてよい。適切な電荷制御剤の例としては、ハロゲン化アルキルピリジニウムを含む四級アンモニウム化合物；硫酸水素塩；米国特許第4,298,672号（開示全体が、全般的に本明細書に参考として組み込まれる）に開示されているものを含むアルキルピリジニウム化合物；米国特許第4,338,390号（開示全体が、全般的に本明細書に参考として組み込まれる）に開示されているものを含む有機カルフェートおよび有機スルホネートの組成物；セチルピリジニウムテトラフルオロボレート；ジステアリルジメチルアンモニウムメチルカルフェート；アルミニウム塩、例えば、BONTRON E84（商標）またはE88（商標）（Orient Chemical Industries, Ltd.）；これらの組み合わせなどが挙げられる。

40

**【0078】**

トナー粒子を、作成後に外部添加剤粒子（例えば、流動補助添加剤を含む）とブレンドしてもよく、この場合、添加剤は、トナー粒子表面に存在していてもよい。添加剤の例としては、金属酸化物、例えば、酸化チタン、酸化ケイ素、酸化アルミニウム、酸化セリウム、酸化スズ、これらの混合物など；コロイド状シリカおよびアモルファスシリカ、例えば、AEROSIL（商標登録）、金属塩および脂肪酸金属塩（ステアリン酸亜鉛および

50

ステアリン酸カルシウムを含む)、または長鎖アルコール、例えば、UNILIN 700、およびこれらの混合物が挙げられる。それぞれの外部添加剤は、トナーの約0.1重量%～約5重量%、トナーの約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。

#### 【0079】

本開示のトナーを、適切なTgの適切な樹脂、低融点ワックスなどを含む超低融点(ULM)トナーとして利用してもよい。

#### 【0080】

場合によりシェルを含む乾燥トナー粒子は、外部表面添加剤を除き、以下の特徴を有していてもよい。(1)体積平均径(「体積平均粒径」とも呼ばれる)が、例えば、約3～約25μm、約4～約15μm、約5～約12μm；(2)数平均幾何粒度分布(GSDn)および/または体積平均幾何粒度分布(GSDv)が、例えば、約1.05～約1.55、約1.1～約1.4；および(3)真円度が約0.93～約1、約0.95～約0.99(例えば、Sysmex FPIA 2100分析機で測定した場合)。

10

#### 【0081】

トナー粒子の特徴は、任意の適切な技術および装置によって決定されてもよい(例えば、Beckman Coulter MULTISIZER 3)。粒径範囲および粒度分布をこのようにして得ることができる。粒度分布は、望ましい平均粒径の粒子に対する微粒子および粗粒子の割合を与える。粗粒子の含有量の測定値は、VD<sub>8.4</sub>測定基準であり、この場合、粗粒子は、粒径で84%より大きいものである。粗粒子の含有量を評価するための別の測定基準は、VD<sub>8.4</sub>/VD<sub>5.0</sub>比率である。微粒子の含有量の測定値は、ND<sub>1.6</sub>測定基準であり、この場合、微粒子は、粒径で16%より小さいものである。微粒子の含有量を評価するための別の測定基準は、ND<sub>5.0</sub>/ND<sub>1.6</sub>比率である。

20

#### 【0082】

米国特許第4,295,990号に開示されるものを含め、静電印刷プロセスまたは電子写真プロセスでトナーを使用してもよい。いくつかの実施形態では、例えば、磁気ブラシによる現像、単成分のジャンピング現像、ハイブリッドスカベンジレスによる現像(HSD)などの任意の既知の種類の画像現像システムを画像現像デバイスに用いてもよい。これらの現像システムおよび類似の現像システムは、当業者の常識の範囲内である。

30

#### 【0083】

カラープリンタは、一般的に、異なる色を保有する4つの筐体を使用し、黒色と、標準的な印刷色(シアン、マゼンタおよびイエロー)に基づき、完全なカラー画像を作成する。しかし、いくつかの実施形態では、5つの筐体、6つの筐体またはもっと多くの筐体を有する画像作成デバイスを含め、さらなる筐体が望ましい場合があり、それによって、広範囲の色(広範囲の色域)を印刷するためのさらなるトナー色を有する能力を与える。

#### 【実施例】

#### 【0084】

以下の非限定例で、主題をここに例示する。特に指示のない限り、部およびパーセントは、重量基準である。

#### 【0085】

40

#### 実施例1

従来のバッチから蒸留物を用いて転相乳化(PIE)を終了させ、次いで、高減圧下で溶媒(例えば、MEKおよびIPA)を蒸留し、ポリエステルラテックスを製造することができる。試薬およびプロセスの詳細を示す表1を参照すると、酸価が12.3、中和比が90%のHMWポリエステル樹脂を、DI水(I)およびアンモニア(I)の二重溶媒の混合物に溶解した。少量のアンモニア(I)を使用し、ポリエステルを部分的に中和し、有機溶媒とDI水(I)の混合物の中で分散を促進する。

#### 【0086】

次いで、均一な樹脂分散物にアンモニア(II)を加え、ポリエステル鎖上の酸末端基をさらに中和する。DI水(II)の添加によって、転相によって、水連続相にポリエス

50

テル粒子の均一な水性懸濁物を作成する。ポリエステル粒子および水相の両方に有機溶媒が留まっている。高温で混合中、減圧蒸留によって溶媒を除去する。

## 【0087】

## 【表1】

表1

化学物質	部	パーセント (%)	量 (g)	
HMW樹脂*	10	26.2	200	
MEK	6	15.7	120	10
IPA	1.8	4.7	36	
アンモニア水溶液 (I)	0.11	0.3	2.20	
DI水 (I)	6.25	16.4	125	
アンモニア水溶液 (II)	0.22	0.6	4.40	
DI水 (II)	13.74	36.0	275	
合計	38.12	100	762	

## 【0088】

20

## 実施例2

実施例1の配合物およびプロセスを用い、さまざまな量の Pigment Yellow 74 (PY74) を用い、着色した樹脂を調製した。従って、0.5 g、5 g および 10 g の PY74 を配合物に加えた。5 g および 10 g の PY74 を含むサンプルについて、MEK の量を 6 部から 10 部まで増やし、IPA の量を 1.8 部から 2 部まで増やした。表2を参照。

## 【0089】

## 【表2】

表2

化学物質	部	パーセント (%)	量 (g)	
HMW樹脂	10	23.4	200	
MEK	10	23.4	200	
IPA	2.5	5.8	50	
アンモニア水溶液 (I)	0.11	0.3	2.20	
DI水 (I)	6.25	14.6	125	
アンモニア水溶液 (II)	0.22	0.5	4.40	
DI水 (II)	13.74	32.1	275	40
合計	42.82	100	856	

## 【0090】

PY74を加え、MEKおよびIPAの溶媒混合物に溶解し、激しく攪拌しつつ、DIW (I) に 5 分間溶解した。次いで、塩基の第1のアリコートと共に、樹脂を反応器に加え、ポリエステルエマルションを作成した。ポリエステルアンモニア (II) を中和した後、さらなる 275 g の水 (II) をゆっくりと加え、激しく攪拌しつつ、40°で樹脂を溶解してラテックスに変換した。

## 【0091】

次いで、スラリーを減圧下で蒸留し、溶媒を除去した。生成物の一部を遠心分離処理し

50

、水からラテックス粒子を単離し、水で洗浄し、粒子の特性決定のために室温で風乾した。

【 0 0 9 2 】

実施例 3

P Y 7 4 を含有しないコントロール樹脂の粒子と、P Y 7 4 を含有する樹脂の 3 種類のサンプルの粒子は、N a n o t r a c デバイスを用いて決定されるように、ほぼ同じ粒径を有した。従って、P Y 7 4 の存在は、樹脂粒子の作成および粒径に影響を与えたかった。樹脂の色は、使用する P Y 7 4 の量と直接的に正の相関関係があった。P Y 7 4 粒子は、樹脂粒子の中、樹脂量子の表面、またはその両方に含まれていた。

---

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
**G 0 3 G 9/093 (2006.01)** G 0 3 G 9/093

(72)発明者 ピーター・ヴィ・グエン  
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14580 ウェブスター ポンドブルック・ポイント 95  
2

(72)発明者 ジュディース・エム・ヴァンデワインケル  
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14487 リボニア フロスト・ホロウ・ロード 416  
1

(72)発明者 エイミー・エイ・グリッロ  
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14609 ロチェスター エルムクロフト・ロード 110

(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 14625 ロチェスター カードガン・スクエア 26

審査官 石塚 寛和

(56)参考文献 特開2014-136799 (JP, A)  
特開2014-191082 (JP, A)  
特開2012-031270 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 0 8 J 3 / 0 0 - 3 / 2 8、9 9 / 0 0  
G 0 3 G 9 / 0 0 - 9 / 1 1 3