

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號： 96148091

※ 申請日期： 96.12.14

※IPC 分類：G03G

6039 9/08 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

具有控制形態之調色粒子

TONER PARTICLES OF CONTROLLED MORPHOLOGY

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

美商柯達公司

EASTMAN KODAK COMPANY

代表人：(中文/英文)

馬克 G 波克伽帝

BOCCHETTI, MARK G.

住居所或營業所地址：(中文/英文)

美國紐約州羅徹斯特市史谷特街343號

343 STATE STREET ROCHESTER, N.Y. 14650, U. S. A.

國 籍：(中文/英文)

美國 U.S.A.

三、發明人：(共 5 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 楊希強
YANG, XIQIANG
2. 狄尼西 泰吉
TYAGI, DINESH
3. 羅伊 A 羅伯
LOBO, LLOYD A.
4. 派翠克 M 藍伯特
LAMBERT, PATRICK M.
5. 珊德拉 G 泰芙
TAFT, SANDRA G.

國 籍：(中文/英文)

- | | |
|------------|--------|
| 1. 中華人民共和國 | P.R.C. |
| 2. 美國 | U.S.A. |
| 3. 美國 | U.S.A. |
| 4. 美國 | U.S.A. |
| 5. 美國 | U.S.A. |

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家(地區)申請專利：

【格式請依：受理國家(地區)、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1. 美國；2006年12月15日；11/611,226

2.

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1.

2.

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種製備適合用作靜電攝影調色劑之聚合粉末的方法，及更特定言之，係關於一種製備具控制形狀之調色粒子之方法，其中使用特定的水溶性金屬鹽來控制調色粒子的形態。

【先前技術】

靜電調色聚合物粒子可以藉由一種經常被稱為"極限聚結(limited coalescence)"的方法來製備。在該方法中，藉由形成聚合物於和水不混溶之溶劑中之溶液，使如此形成之溶液分散於含有固體膠狀穩定劑的水性介質中，及經由蒸發移除溶劑，而獲得具有狹窄尺寸分佈的聚合物粒子。接著將所得粒子分離，洗滌和乾燥。在實施該技術時，調色粒子係由任一類型之可溶於與水不混溶之溶劑中的聚合物來製備。因此，最終產生粒子的尺寸和尺寸分佈可由所使用之特定聚合物、溶劑之相對量、不溶於水的固體顆粒懸浮穩定劑(典型上為二氧化矽或乳膠)之量及大小、及溶劑-聚合物液滴藉由攪動所降至的尺寸而預先決定並控制。

該類型的極限聚結技術已在衆多有關於製備靜電調色粒子的專利中經闡述，因為此種技術一般導致形成具有實質上均一尺寸分佈的調色粒子。應用於調色劑製備的典型極限聚結方法在Nair等人之美國專利第4,833,060和4,965,131號中有描述。

美國專利第5,283,151號係該領域中較早研究的代表，其描述使用巴西棕櫚蠟於獲致相似的調色劑形態。該方法包括以下步驟：將巴西棕櫚蠟溶解於經加熱到至少75°C溫度的乙酸乙酯中並冷卻溶液，如此導致蠟以長度數微米之極細針狀體的形式沉澱；回收蠟針狀體並將其與聚合材料、溶劑及視情況加入的顏料以及電荷控制劑混合形成有機相；將有機相分散於含有微粒穩定劑的水相中並將混合物均質化；蒸發溶劑，洗滌並乾燥所得產品。

令人遺憾地係，該技術需要利用高溫來將蠟溶解於溶劑中，然後冷卻溶液以使蠟沉澱。蠟並不能在環境溫度下維持於乙酸乙酯的溶液中，因此很難將該方法放大。

調色粒子的形狀對靜電調色劑的轉移與清潔性質有影響。因此，例如，經發現調色粒子的轉移與清潔效率會隨粒子球度的降低而改良。迄今為止，該技術之工作者長期設法藉由除顏料、黏合劑或電荷劑之選擇外的方式來修改蒸發極限聚結類型調色粒子的形狀。改變調色粒子的形狀係為了提高調色劑的清潔和轉移性質。

【發明內容】

本發明係一種製備靜電攝影調色劑的方法，其包括以下步驟。將一聚合材料溶於有機溶劑中以形成有機相。將該有機相分散於水相中從而形成分散液，該水相包含微粒穩定劑和鹽，該鹽包含從氯離子、氧氯離子、硫酸根、過氯酸根、硝酸根、磷酸二氫根、乳酸根、三氟甲磺酸根和三氟甲基水合物中選出的陰離子和從鋁、鐵(III)、錫(II)和

鋇(IV)中選出的陽離子。將分散液均質化。將有機溶劑從分散液中蒸發出，回收所得產品，並洗滌和乾燥。在另一方法中，鹽係直接加入到分散液中。

【實施方式】

根據本發明，顏料分散液係藉由習知技術製備，例如藉由介質研磨、熔體分散及其類似技術。將顏料分散液、聚合材料、溶劑和視需要的電荷控制劑組合形成有機相，其中以固體總重量計，顏料濃度範圍係按重量計自4%至20%。以固體總重量計，電荷控制劑係以每百份重量自0至10份之量使用，較佳的範圍係每百份0.2至3.0份。使此混合物攪拌隔夜，接著分散在包括微粒穩定劑及視情況加入之促進劑的水相中。

經選擇用於有機相步驟中之溶劑可係從任何可以溶解聚合物的熟知溶劑中選出。為該目的選出之典型溶劑係氯仿、二氯甲烷、乙酸乙酯、氯乙烯、丁酮及其類似物。

此處被選擇使用的微粒穩定劑可能係從Nair等人在美國專利4,965,131中描述類型的高度交聯聚合乳膠材料，或二氧化矽中選出。較佳的係二氧化矽。以100份重量之所使用調色劑之總固體計，其通常係以自1至15份重量之量使用。當使用二氧化矽時，其可視情況透過以強鹼處理而在最終調色劑中被移除。該等穩定劑之尺寸及濃度控制並且預先決定最終調色粒子的尺寸。換句話說，上述粒子尺寸越小及/或濃度越高，則最終調色粒子的尺寸就越小。

任何水溶性的且會影響固體分散劑在水溶液中之親水性

/疏水性平衡之適合的促進劑皆可用來驅動固體分散劑(即微粒穩定劑)到達聚合物/溶劑液滴-水界面。典型的上述促進劑係磺化聚苯乙烯、海藻酸鹽、羧甲基纖維素、氫氧化或氯化四甲基銨、甲基丙烯酸二乙胺基乙酯、環氧乙烷、脲和甲醛的水溶性複合樹脂質胺縮合產物、以及聚乙烯亞胺。此外，對該目的有效的有明膠、酪蛋白、白蛋白、麩質及其類似物或非離子性物質例如甲氧基纖維素。促進劑通常係以每100份重量之水溶液自0.2至0.6份之量使用。

在本發明的一種模式中，當須要非球形的調色粒子時，將適合的金屬鹽併入水相中。鹽通常係鋁、鐵(III)、錫(II)以及銦(IV)之水溶性離子化合物，而陰離子係氯離子、過氯酸根、硫酸根、硝酸根及其水合物，及選定的有機鹽例如乳酸鹽及磺酸鹽，例如三氟甲磺酸鹽。鹽可直接用來製備水相，或可先製備較濃的鹽溶液，而將小量的濃溶液添加到特定量的原有水相，以致水相的組成和性質沒有實質上的變化。

因為不同的鹽有不同的分子量，因而設若使用相同粒度的膠態二氧化矽，則以金屬莫耳數相對於水相中所使用二氧化矽重量之單位量測水相中的鹽量更為方便。因為當使用恒定重量的二氧化矽時，調色粒子大小與二氧化矽粒度成反比，此轉化為根據所得粒子之相當圓直徑正規化的金屬莫耳數，其由二氧化矽在水相中的體積中值重量來代表。當使用多種粒度的二氧化矽作為微粒穩定劑時，表示為金屬毫莫耳數乘以調色粒子直徑(微米)之金屬鹽的量通

常在每一百克調色劑1.0[毫莫耳·微米]以上，以獲得不規則形狀的調色劑。其較佳係以每一百克調色劑2.0至100[毫莫耳·微米]之範圍內使用。其更佳係以每一百克調色劑2.0至50[毫莫耳·微米]之範圍內使用。

通常存在於靜電攝影調色劑中之多種添加劑可在溶解於溶劑中之前或在溶解步驟時加入到聚合物，其例如電荷控制劑、蠟以及潤滑劑。適合的電荷控制劑已有揭示，例如在Jadwin等人之美國專利第3,893,935號及第4,323,634號、Burness等人之美國專利第4,079,014號以及Eastman Kodak之英國專利第1,420,839號中。電荷控制劑通常係以較少量使用，例如基於所有固體含量的重量(調色劑之重量)每百份重量自0.01至10份，而較佳係從每百份0.2至3.0份。

接著將所得的混合物混合以及均質化。在此方法中，微粒穩定劑在有機相之中的有機球狀粒子之間形成界面。由於與小粒子相關聯的高表面積，因而經微粒穩定劑的覆蓋並不完全。聚結持續進行直至表面完全由微粒穩定劑覆蓋為止。其後，粒子未發生進一步增長。因此，微粒穩定劑之量係與所獲得調色劑之尺寸成反比。水相和有機相之間的關係，按體積計，其範圍可能從1：1至大約9：1。此表示有機相一般的存在量為總均質化體積的10%至50%。

在發明的另一個模式中，金屬鹽係在乳液已均質化並且已發生極限聚結之後再引入其中。因此，鹽係以溶液(較佳基本上為水溶液)加入，其視情況可包含有機或無機緩衝鹽。以此方式使用之鹽的量可改變，以使所得之調色劑

產生不同程度的形狀。一般而言，使用鹽的範圍係類似於發明第一模式中所描述的。

於均質化處理和視情況引入形狀控制劑後，將存在的溶劑蒸發，並洗滌和乾燥所得產品。

如已說明，本發明適合以任何類型的聚合物來製備聚合調色劑粒子，該聚合物能夠溶於與水不混溶之溶劑中，並且包含如下之組合物：例如，烯烴均聚物和共聚物，諸如聚乙烯、聚丙烯、聚異丁烯和聚異戊烯；聚三氟烯烴；聚四氟乙烯和聚三氟氯乙烯；聚醯胺，例如聚(己二醯己二胺)、聚(癸二醯己二胺)、和聚己內醯胺；丙烯酸系樹脂，例如聚(甲基丙烯酸甲酯)、聚(丙烯酸甲酯)、聚(甲基丙烯酸乙酯)和聚(苯乙烯-甲基丙烯酸甲酯)；乙烯-丙烯酸甲酯共聚物、乙烯-丙烯酸乙酯共聚物、乙烯-甲基丙烯酸乙酯共聚物、聚苯乙烯和苯乙烯與不飽和單體之共聚物、纖維素衍生物、聚酯、聚乙烯基樹脂和乙烯-烯丙醇共聚物及其類似物。

適合於在本發明實踐中使用的顏料應該能夠分散在聚合物中，不溶於水並且能夠產生濃厚持久的顏色。典型的上述顏料有：有機顏料諸如酞菁、立索爾(lithols)及其類似物以及無機顏料諸如 TiO_2 、炭黑及其類似物。典型的酞菁顏料係銅酞菁、單氯銅酞菁和十六氯銅酞菁。此處適合使用的其它有機顏料包括蒽醌甕顏料諸如甕黃6GLCL1127、醌黃18-1、陰丹酮(indanthrone) CL1106、皮蒽酮(pyranthrone) CL1096、溴化皮蒽酮諸如二溴皮蒽酮、還原豔橙(vat

brilliant orange) RK、褐色蒽醌胺 CL1151、二苯并蒽酮綠 CL1101、黃士酮黃 CL1118、偶氮顏料諸如甲苯胺紅 C169 和漢撒(hansa)黃；以及金屬化顏料諸如偶氮黃和永久紅。炭黑可以係任何已知的類型，諸如槽法炭黑、爐黑、乙炔黑、熱炭黑、燈黑和苯胺黑。顏料係以足以使其於調色劑中的含量以調色劑之重量計為1重量%至40重量%之量使用，且較佳在4重量%至20重量%範圍內。

水相的pH值對於使諸如鋁之金屬離子起形狀控制劑作用係非常重要的。較佳的pH值範圍係從3.5至6.0。更佳的範圍係4.0至5.5。當鋁離子包含於水相中時，水相pH值的改變亦會影響產生的調色粒子大小。因此，鋁鹽的較佳使用模式係在均質化之後但在除去有機溶劑之前。

當將典型的鋁鹽溶於水中時，產生水溶液可能係酸性的。為了不顯著改變均質化分散液的pH值，可能需要藉由加入諸如苯二甲酸氫鉀、乙酸鉀、乳酸鉀等等的鹼有機緩衝鹽而將鋁鹽溶液的pH值提高至4.0以上。或者，可提高水相的緩衝劑濃度，以抵抗並且減少酸性鹽溶液對混合物pH值的作用。另一方法係提高水相pH值，以便混合物在鹽加入之後仍然維持在可接受的pH值範圍之內。

實例1 蠟分散液的製備.

將氧化鋯珠(直徑1.2毫米)添加至含有蠟及分散劑於乙酸乙酯中之混合物的玻璃缸中。接著放置容器在Sweco粉體研磨機上，並將蠟研磨一到三天。然後，藉由通過篩子過濾來移除珠，並將最後產生的固體顆粒分散液如下用於調

色劑製備。

Disp A. Polywax 500(Baker Petrolite, T-60等級), 20.0 g

Tuftec™ P2000(AK Elastomer), 3.0 g

乙酸乙酯, 77.0 g

氧化鋯珠, 1.2毫米、100毫升

回收分散液的測定固體含量: 17.4%

實例 2

利用 89.08 g 乙酸乙酯、19.78 g Kao Binder E、2.919 g BASF Lupreton Blue SE 1163及 13.22 g 上述蠟分散液A製備有機相分散液。利用磁石攪拌器將混合物攪拌隔夜。將此有機相與利用 172.93 g 水、1.1475 g 苯二甲酸氫鉀(KHP)、11.00 g Nalco™ 1060和 2.42 g 10%促進劑(聚(己二酸-共-甲胺基乙醇))製備得之水性混合物混合。該混合物接著先利用 Silverson L4R混合器(Silverson Machines, Inc.出售)隨後再利用高壓微射流奈米分散設備(Microfluidizer)接受極高剪切。

a) 實例 2a 於 90.0 g 均質化混合物中加入 0.48 mL $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 的 10%水溶液。接著在旋轉蒸發器上於減壓下移除混合物中的溶劑。回收固體調色粒子，洗滌並乾燥。在真空烘箱中進一步乾燥後，調色粒子的體積中間直徑為 6.53 微米。

b) 實例 2b 於另一個 90.0 g 均質化混合物中加入 0.12 毫升 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 之 10%水溶液，之後的處理如 a) 中一樣，最後粒子的體積中間直徑為 5.75 微米。

c) 實例 2c(比較)。剩餘的均質化混合物不利用任何 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 溶液來處理。產生粒子的體積中間直徑以柯爾特顆粒計數儀(Coulter multisizer)測量為 5.75 微米。

利用 Sysmex FPIA-3000 儀器(Sysmex 公司)按照形狀分析來分析以上獲得的粒子。粒子形狀係由如利用 Sysmex 軟體計算得的平均圓度及平均縱橫比來量化。1 之值指示理想球體，而小於 1 之數字描述不規則形狀的粒子。結果列示如下，從表 1 數據中可看出，使用越多硝酸鋁鹽溶液會產生越不規則形狀的趨勢。

表 1

實例		圓度		縱橫比(W/L)	
		平均	標準偏差	平均	標準偏差
2a	發明	0.968	0.027	0.872	0.077
2b	發明	0.986	0.029	0.927	0.065
2c	比較	0.988	0.023	0.927	0.059

表 1 亦顯示在水相中之較低鋁離子含量下僅僅導致輕微成形的調色粒子。實例 2b 和實例 2c 相比時，該輕微顆粒形狀的呈現十分明顯地表現在圓度上稍微偏大的標準偏差(SD)，同樣在縱橫比上也如此。

實例 3.

製備三個有機相，每個具有 53.45 g 乙酸乙酯、11.87 g Kao Binder E、1.75 g BASF Lupreton Blue SE 1163 和 7.93 g 上述蠟分散液 A。利用磁石攪拌器將混合物攪拌隔夜。

以下列量的硝酸鋁調配合水混合物。

水相	3a	3b	3c
水, g	104.04	103.59	103.14
Nalco™ 1060, g	6.00	6.00	6.00
10%促進劑, g	1.320	1.320	1.320
KHP, g	0.689	0.689	0.689
10% $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, g	0.450	0.900	1.350
總計, g	112.50	112.50	112.50

各有機相利用 Silverson L4R 混合器以高剪切速率與適當的水相混合並且以高壓微射流奈米分散設備更進一步均質化。當離開高壓微射流奈米分散設備後，將有機溶劑利用旋轉蒸發器於減壓下移除。收集調色粒子並洗滌。在空氣中和在真空烘箱中乾燥後，以柯爾特顆粒計數儀測量調色粒子，且以 Sysmex FPIA-3000 圖像分析器分析形狀。表 2 中的結果顯示水相中的硝酸鋁溶液提供不規則形狀的調色粒子。

表 2

實例	Al 含量*	體積中間直徑(μ)	圓度		縱橫比(W/L)	
			平均	標準偏差	平均	標準偏差
3a	5.7	6.93	0.985	0.010	0.913	0.084
3b	11.4	7.63	0.971	0.014	0.858	0.109
3c	17.1	6.09	0.969	0.015	0.850	0.094

*單位：莫耳·直徑/一百克直徑定在 6.0 微米的調色劑。

實例 4 透明調色粒子

在本實例中，將金屬離子鹽，氯化鋇(IV)、氯化錫(IV)和硫酸鋇(IV)使用於製備透明調色劑，即不含著色劑的調色粒子。在蒸發極限聚結方法中，此等鹽係以10%水溶液添加到水相中。各有機相由20.0 g的KaoBinder E和80.0 g乙酸乙酯組成。水相各含有0.918 g苯二甲酸氫鉀、8.80 g Nalco™ 1060和1.936 g 10%促進劑溶液以及個別鹽溶液，總重量150.0 g。製備過程同實例3，且如上分析產生的調色劑，得出結果如表3顯示。如由圓度和縱橫比數據所顯示，鋁和鋇鹽產生完全不規則的調色粒子。

表 3

實例	水相中的鹽	SCA含量*	體積中間直徑(μ)	圓度		縱橫比(W/L)	
				平均	標準偏差	平均	標準偏差
4a	ZrCl ₄	10.3	5.02	0.964	0.024	0.840	0.098
4b	SnCl ₄	9.2	6.18	0.986	0.011	0.911	0.087
4c	Zr(SO ₄) ₂	8.5	5.39	0.944	0.032	0.789	0.102

*單位：毫莫耳·直徑/一百克直徑定在6.0微米的調色劑。

可以從縱橫比的結果看到，鋇鹽溶液使得調色粒子有非常不規則的形狀，不管抗衡離子為何(氯離子或硫酸根)，其皆係非常強力的形狀控制劑。另一方面，SnCl₄無法非常有效的影響最終產生的調色粒子的形狀。

實例5. 透明調色粒子

在此實例中，將金屬離子鹽九水合硝酸鐵(III)和氧氯化鋇(IV)用於製備透明調色劑。在蒸發極限聚結方法中，再次將此等鹽加入到水相中。調色劑製備過程同實例4，且

如上分析產生的調色劑，得出的結果如表4所示。兩種鹽皆產生不規則的調色粒子。

表 4

實例	水相中的鹽	SCA含量*	體積中間直徑(μ)	圓度		縱橫比(W/L)	
				平均	標準偏差	平均	標準偏差
5a	ZrOCl ₂	10.1	5.25	0.952	0.022	0.792	0.107
5b	Fe(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O	8.91	6.05	0.987	0.011	0.927	0.052

*單位：毫莫耳·直徑/一百克直徑定在6.0微米的調色劑。

可以看到氧氯化鋇的表現與氯化鋇(和硫酸鋇)非常相像，其係一種強力的形狀控制劑。硝酸鐵在此施用方式中相比較而言較弱，即當其直接使用在調色劑製備過程的水相中時。

實例6. 透明調色粒子

在此實例中，使用相當大量的氯化鋇(IV)和九水合硝酸鐵(III)於製備透明調色劑。此等鹽係以3.0%水溶液在均質化乳液混合體離開高壓微射流奈米分散設備時加入其中，各鹽的總重量為0.30 g。各有機相包含20.0 g的Kao Binder E和80.0 g乙酸乙酯。水相各含有0.918 g的苯二甲酸氫鉀、8.80 g的Nalco™ 1060和1.936 g的10%促進劑溶液，總重量為150.0 g。使有機相蠟與水相混合，且混合物先用Silverson Lab混合機再用高壓微射流奈米分散設備接受極高剪切。在引出後，如上所述，將混合物以10.0 g 3.0%的鹽溶液處理，且將溶劑在旋轉蒸發器上於減壓下移除。收

集產生的調色劑並洗滌。乾燥後，如上分析粒子，得出的結果如表5所示。如由圓度和縱橫比數據所示，鋇(IV)鹽和鐵(III)產生完全不規則的調色粒子。在高含量下，獲得的粒子具有低縱橫比。

表 5

實例	均質化後的鹽	SCA含量*	體積中間直徑(μ)	圓度		縱橫比	
				平均	標準偏差	平均	標準偏差
6a	ZrCl ₄	38.6	7.8	0.836	0.054	0.488	0.091
6b	Fe(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O	22.3	7.5	0.861	0.046	0.503	0.103

*單位：毫莫耳·直徑/一百克調色劑。

實例7. 透明調色粒子

在此實例中，使用氯化錫(II)於製備透明調色劑。該鹽係以1.5%水溶液在均質化乳液混合物離開高壓微射流奈米分散設備後加入其中。各有機相由15.0 g Kao Binder E和60.0 g 乙酸乙酯組成。水相各含有0.689 g的苯二甲酸氫鉀、6.60 g Nalco™ 1060和1.452 g的10%促進劑溶液，且總重112.50 g。將有機相蠟與水相混合，且混合物先用 Silverson Lab混合機再用高壓微射流奈米分散設備接受極高剪切。在引出後，如上所述，將混合物以5.95 g 1.50%的鹽溶液處理，且將溶劑在旋轉蒸發器上於減壓下移除。收集產生的調色劑並洗滌。乾燥後，如上分析粒子，結果如下表6所示。產生的調色粒子如縱橫比數據所示具有不規則形狀。

表 6.

實例	均質化 後的鹽	SCA 含量*	體積中間 直徑(μ)	圓度		縱橫比	
				平均	標準偏差	平均	標準偏差
7a	SnCl ₂	5.7	7.1	0.923	0.049	0.720	0.108
7b	SnCl ₂	4.5	6.2	0.932	0.046	0.741	0.112

*單位：毫莫耳·直徑/一百克調色劑。

實例 8

使用連續蒸發器替代旋轉蒸發器來移除溶劑。蒸發器以 63°C 水加熱並保持在 120 毫米汞柱的真空下。

將產品分散液與本發明的金屬鹽溶液混合，並泵送通過熱交換器。將經加熱到 63°C 的水泵送通過熱交換器，並將真空設定在 120 毫米汞柱。分散液的流速為 3.6 千克/分鐘。在操作 7 分鐘後收集產品的樣本，此時達到穩定狀態。有機相由 2 千克 BASF Lupreton Blue SE 1163、12.9 千克 Kao Binder E 和 60 千克乙酸乙酯組成。水相由 10.62 千克水與 30 mM 或 100 mM 的苯二甲酸氫鉀、7.6 千克的 Nalcoag 1060(膠態氧化矽)還有 1.68 克 10% 促進劑溶液組成。水相的 pH 值利用 30 mM 或者 100 mM 的 KOH 溶液調節至 pH 值 4 或 5。

硝酸鋁九水合物在鹽溶液中的濃度係維持在 1.4%。此溶液的天然 pH 值係在 2.8 和 3.0 之間。在有些情況下，此溶液的 pH 值藉由包含 120 mM 的苯二甲酸氫鉀和加入 2.75% KOH 溶液來調節。硝酸鋁九水合物的最終濃度為 1.4%。將硝酸鋁溶液添加入均質化分散液中，並在 3.4 千克/分鐘下

泵送通過蒸發器。產品在通過連續蒸發器達到穩態操作之後進行取樣，時間在5-10分鐘之間。粒度由柯爾特計數器來測量，形狀由Sysmex分析來測量。使用體積中間直徑作為大小的量度，及使用寬度/長度縱橫比作為形狀的量度。將該縱橫比的平均值呈現於下表：

表 7.

實例	SCA 含量	硝酸鋁		水相 pH值	緩衝液 強度 mM	最終 pH	縱橫比		直徑um
		溶液之 pH值	溶液之 穩定性				平均值	標準偏差	
7a	12.6	4.0	不穩定	4.0	30	4.1	0.86	0.076	5.8
7b	16.8	4.0	不穩定	4.0	30	4.1	0.795	0.107	5.9
7c	21.0	4.0	不穩定	4.0	30	4.1	0.762	0.112	6.0
7d	12.6	4.0	不穩定	5.0	30		0.79	0.101	6.6
7e	16.8	4.0	不穩定	5.0	30		0.779	0.109	6.6
7f	8.40	4.0	不穩定	5.0	30		0.774	0.105	6.5
7g	4.20	4.0	不穩定	5.0	30		0.923	0.033	5.9
7h	4.20	3.0	穩定	5.0	30	4.9	0.91	0.048	6.0
7i	8.40	3.0	穩定	5.0	30	4.66	0.786	0.1	6.2
7j	12.6	3.0	穩定	5.0	30	4.55	0.826	0.089	6.2
7k	4.20	3.0	穩定	5.0	100	5.00	0.929	0.026	6.2
7l	8.40	3.0	穩定	5.0	100	4.96	0.865	0.077	6.6
7m	12.6	3.0	穩定	5.0	100	4.98	0.835	0.088	7.4
7n	5.25	3.0	穩定	5.0	30		0.875	0.071	6.0
7o	6.30	3.0	穩定	5.0	30		0.837	0.09	6.5
7p	7.35	3.0	穩定	5.0	30		0.809	0.097	6.1

*單位：毫莫耳·直徑/一百克調色劑。

如上所示，理想的形狀可以藉由不同的方法得到。因為

最後分散液的pH值削弱形狀數值，其有可能調整硝酸鋁溶液的pH值，或分散液之水相的pH值或兩者。緩衝能力的數值係另一個可調參數。硝酸鋁水溶液本身pH為3，而上表中pH 4溶液係以苯二甲酸氫鉀和KOH溶液調整的。在較高pH下的硝酸鋁溶液係不穩定的。基於上表，可看到較佳將分散液之水相的pH值調整至5.0(其並未實質上地改變粒度分佈的特徵)，而不調整硝酸鋁溶液的pH值。

五、中文發明摘要：

本發明係一種製備靜電攝影調色劑的方法，其包括以下步驟。將一聚合材料溶於有機溶劑中以形成有機相。將該有機相分散於水相中以形成分散液，該水相包含微粒穩定劑和鹽，該鹽包含從氯離子、氧氯離子、硫酸根、過氯酸根、硝酸根、磷酸二氫根、乳酸根、三氟甲磺酸根和三氟甲基水合物中選出的陰離子及從鋁、鐵(III)、錫(II)和鋯(IV)中選出的陽離子。將該分散液均質化。將有機溶劑從分散液中蒸發出，回收所得產品，並洗滌和乾燥。在另一方法中，該鹽係直接加入到該分散液中。

六、英文發明摘要：

The present invention is a method for the preparation of electrostatographic toner including the following steps. A polymer material is dissolved in an organic solvent to form an organic phase. The organic phase is dispersed in an aqueous phase that includes a particulate stabilizer and a salt including an anion selected from chloride, oxychloride, sulfate, perchlorate, nitrate, dihydrogen phosphate, lactate, trifluoromethylsulfonate, and trifluoromethylhydrate and a cation selected from aluminum, iron (III), tin (II) and zirconium (IV), to form a dispersion. The dispersion is homogenized. The organic solvent is evaporated from the dispersion and the resultant product is recovered, washed and dried. In an alternate method the salt is added directly to the dispersion.

十、申請專利範圍：

1. 一種製備靜電攝影調色劑的方法，其包括以下步驟：

a) 在有機溶劑中溶解聚合材料形成有機相；

b) 將該有機相分散於包括微粒穩定劑及鹽之水相中，從而形成分散液並均質化所得的分散液，該鹽包括從由氯離子、氧氯離子、硫酸根、過氯酸根、硝酸根、磷酸二氫根、乳酸根、三氟甲磺酸根和三氟甲基水合物組成之群中選出的陰離子以及從由鋁、鐵(III)、錫(II)和鋇(IV)組成之群中選出的陽離子；

c) 蒸發該有機溶劑並回收所得產品；及

d) 洗滌和乾燥該所得產品。

2. 如請求項1之方法，其中在步驟a)中添加電荷控制劑或顏料。

3. 如請求項1之方法，其中在分散步驟b)中添加促進劑。

4. 如請求項1之方法，其中該溶劑係從由氯仿、二氯甲烷、乙酸乙酯、氯乙烯和丁酮組成之群中選出。

5. 如請求項1之方法，其中以100份調色劑中之總固體計，該微粒穩定劑之量係在1至15份重量之間。

6. 如請求項1之方法，其中該水相與該有機相的體積比係在1:1至9:1之範圍內。

7. 如請求項1之方法，其中該有機相包含潤滑劑或蠟。

8. 如請求項1之方法，其中該水相的pH值係在3.5- 6.0之間。

9. 如請求項1之方法，其中該聚合材料包括從以下各物組

成之群中選出的均聚物或共聚物：聚乙烯、聚丙烯、聚異丁烯、聚異戊烯、聚三氟烯烴、聚醯胺、丙烯酸系樹脂、乙烯-丙烯酸甲酯共聚物、乙烯-丙烯酸乙酯共聚物、乙烯-甲基丙烯酸乙酯共聚物、聚苯乙烯和苯乙烯與不飽和單體的共聚物、聚酯、聚乙炔基樹脂、乙烯-烯丙醇共聚物、聚四氟乙烯、聚三氟氯乙烯、聚(己二醯己二胺)、聚(癸二醯己二胺)、聚己內醯胺、聚(甲基丙烯酸甲酯)、聚(丙烯酸甲酯)、聚(甲基丙烯酸乙酯)和聚(苯乙烯-甲基丙烯酸甲酯)。

10. 如請求項1之方法，其中該鹽包括硝酸鋁、硫酸鋁、過氯酸鋁、乳酸鋁、磷酸二氫鋁和三氟甲磺酸鋁。

11. 一種製備靜電攝影調色劑的方法，其包括以下步驟：

- a) 在有機溶劑中溶解聚合材料形成有機相；
- b) 將該有機相分散於包括微粒穩定劑之水相中，從而形成分散液並均質化該所得的分散液；
- c) 添加鹽至該所得之分散液中，該鹽包括從由氯離子、氧氯離子、硫酸根、過氯酸根、硝酸根、磷酸二氫根、乳酸根、三氟甲磺酸根和三氟甲基水合物組成之群中選出的陰離子以及從由鋁、鐵(III)、錫(II)和鋇(IV)組成之群中選出的陽離子；
- d) 蒸發該有機溶劑並回收所得產品；及
- e) 洗滌和乾燥該所得產品。

12. 如請求項11之方法，其中在步驟a)中添加電荷控制劑或顏料。

13. 如請求項11之方法，其中在分散步驟b)中添加促進劑。
14. 如請求項11之方法，其中該溶劑係從由氯仿、二氯甲烷、乙酸乙酯、氯乙烯和丁酮組成之群中選出。
15. 如請求項11之方法，其中以100份調色劑中之總固體計，該微粒穩定劑之量係在1至15份重量之間。
16. 如請求項11之方法，其中該水相與該有機相的體積比係在1:1至9:1之範圍內。
17. 如請求項11之方法，其中該有機相包含潤滑劑、顏料或蠟。
18. 如請求項11之方法，其中該聚合材料包括從以下各物組成之群中選出的均聚物或共聚物：聚乙烯、聚丙烯、聚異丁烯、聚異戊烯、聚三氟烯烴、聚醯胺、丙烯酸系樹脂、乙烯-丙烯酸甲酯共聚物、乙烯-丙烯酸乙酯共聚物、乙烯-甲基丙烯酸乙酯共聚物、聚苯乙烯和苯乙烯與不飽和單體的共聚物、聚酯、聚乙烯基樹脂、乙烯-烯丙醇共聚物、聚四氟乙烯、聚三氟氯乙烯、聚(己二醯己二胺)、聚(癸二醯己二胺)、聚己內醯胺、聚(甲基丙烯酸甲酯)、聚(丙烯酸甲酯)、聚(甲基丙烯酸乙酯)和聚(苯乙烯-甲基丙烯酸甲酯)。
19. 如請求項11之方法，其中該水相的pH值係在3.5至6.0之間。
20. 如請求項11之方法，其中該鹽包括硝酸鋁、硫酸鋁、過氯酸鋁、乳酸鋁、磷酸二氫鋁及三氟甲磺酸鋁。

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：(無)

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

(無)