

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3973287号  
(P3973287)

(45) 発行日 平成19年9月12日(2007.9.12)

(24) 登録日 平成19年6月22日(2007.6.22)

(51) Int. Cl.	F I				
<b>GO3G</b>	<b>9/087</b>	<b>(2006.01)</b>	GO3G	9/08	381
<b>GO3G</b>	<b>9/08</b>	<b>(2006.01)</b>	GO3G	9/08	325
<b>GO3G</b>	<b>9/097</b>	<b>(2006.01)</b>	GO3G	9/08	341
<b>GO3G</b>	<b>9/09</b>	<b>(2006.01)</b>	GO3G	9/08	344
			GO3G	9/08	361

請求項の数 2 (全 13 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平10-74432	(73) 特許権者	596170170
(22) 出願日	平成10年3月23日(1998.3.23)		ゼロックス コーポレーション
(65) 公開番号	特開平10-282717		XEROX CORPORATION
(43) 公開日	平成10年10月23日(1998.10.23)		アメリカ合衆国 コネチカット州 スタン
審査請求日	平成17年3月9日(2005.3.9)		フォード、ロング・リッジ・ロード 80
(31) 優先権主張番号	825451		O
(32) 優先日	平成9年3月28日(1997.3.28)	(74) 代理人	100079049
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 中島 淳
		(74) 代理人	100084995
			弁理士 加藤 和詳
		(72) 発明者	ベン エス. オン
			カナダ国 エル5エル 4ブイ9 オンタ
			リオ州 ミシソーガ ハーベイ クレセン
			ト 2947

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 トナーの調製方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(i)(a) 第一のイオン性界面活性剤及び任意の電荷制御剤を含む、顔料又は着色剤の水性分散液と、(b) 線状ポリマー粒子、架橋ポリマー粒子、任意の非イオン性界面活性剤、及び前記顔料又は着色剤の分散液に含まれる前記第一のイオン性界面活性剤の極性と反対の電荷極性を有する第二のイオン性界面活性剤を含むラテックスブレンドとを混合する工程、

(ii) 上記工程(i)により得られた混合物を前記線状ラテックスポリマーのガラス転移温度(Tg)より低い温度で加熱して、トナーとして使用しうるサイズの凝集体を形成する工程、及び

(iii) 前記凝集体の懸濁液を前記線状ラテックスポリマーのTgより高い温度で加熱して、前記凝集体の熔融又は融合を行う工程を含む、トナーの調製方法。

【請求項2】

前記線状ポリマーが、ポリ(スチレン-ブタジエン)、ポリ(メチルメタクリレート-ブタジエン)、ポリ(エチルメタクリレート-ブタジエン)、ポリ(プロピルメタクリレート-ブタジエン)、ポリ(ブチルメタクリレート-ブタジエン)、ポリ(メチルアクリレート-ブタジエン)、ポリ(エチルアクリレート-ブタジエン)、ポリ(プロピルアクリレート-ブタジエン)、ポリ(ブチルアクリレート-ブタジエン)、ポリ(スチレン-イソプレン)、ポリ(メチルスチレン-イソプレン)、ポリ(メチルメタクリレート-イ

ソブレン)、ポリ(エチルメタクリレート-イソブレン)、ポリ(プロピルメタクリレート-イソブレン)、ポリ(ブチルメタクリレート-イソブレン)、ポリ(メチルアクリレート-イソブレン)、ポリ(エチルアクリレート-イソブレン)、ポリ(プロピルアクリレート-イソブレン)、ポリ(ブチルアクリレート-イソブレン)、ポリ(スチレン-ブチルアクリレート)、ポリ(スチレン-ブタジエン)、ポリ(スチレン-イソブレン)、ポリ(スチレン-ブチルメタクリレート)、ポリ(スチレン-ブチルアクリレート-アクリル酸)、ポリ(スチレン-ブタジエン-アクリル酸)、ポリ(スチレン-イソブレン-アクリル酸)、ポリ(スチレン-ブチルメタクリレート-アクリル酸)、ポリ(ブチルメタクリレート-ブチルアクリレート)、ポリ(ブチルメタクリレート-アクリル酸)、ポリ(スチレン-ブチルアクリレート-アクリロニトリル-アクリル酸)及びポリ(アクリロニトリル-ブチルアクリレート-アクリル酸)からなる群より選択されること、及び、前記架橋ポリマーが、前記線状ポリマーが架橋したものを含むことを特徴とする、請求項1に記載の方法。

10

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、トナーの生成方法、更に詳細には、ラテックス、顔料粒子、及び任意の添加物を凝集させてトナー組成物を生成することができる化学プロセスに関する。実施の形態において、本発明は一般的に知られている微粉碎及び分級方法を行う必要なくトナー組成物を直接調製する方法に関する。また、実施の形態において、体積平均粒子径が約1～約15ミクロン、好適には2～約10ミクロンであり、粒度分布が狭い、GSD(geometric standard deviation、等比標準偏差)によって一般的に特徴付けると例えば1.35より小さい、より詳細には約1.25より小さい、コールターカウンター(Coulter Counter)で測定すると例えば約1.15～約1.25のトナー組成物が得られる。得られたトナーは、デジタルプロセス、特にカラーゼログラフィック画像形成及び印刷システムを含む、既知の電子写真プロセス及び印刷プロセスに使用することができる。実施の形態において、本発明は例えば特定の画像光沢特性を有するトナー組成物を生成するプロセスに関し、このプロセスは、線状ポリマー及び架橋ポリマー粒子の混合物を含むラテックスエマルジョン、顔料、及び任意の添加成分を凝集させてトナーサイズの凝集体を生成するステップと、この凝集体の構成要素を融合又は溶融させて一体化された合成トナー粒子を形成するステップとを含み、このトナーは例えば約50～90重量%の線状重合体、例えば約0.1～約70重量%、好ましくは約1～約50重量%の架橋ポリマー粒子、及び例えば約3～約15重量%の顔料を含む。実施の形態における本発明のトナー組成物の画像光沢特性は、使用される架橋ポリマー粒子の量、これらの粒子径、架橋密度、及び構成によって主に制御することができる。特に、架橋ポリマーの含有量が高く且つその架橋ポリマーの粒子径が大きなトナーにより、低い画像光沢レベルが得られる。従って、必要な特定の画像外観を提供するために、ガードナーグロス測定装置(Gardner Gloss metering instrument)によって測定した場合に約20未満～約70を超えるガードナーグロス単位(GGU)の広範囲の画像光沢レベルを設計することができる。一般的には、文書の所望の画像光沢はその用途によって異なる。例えば、カラープロセスの場合は、光沢のある画像が非常に好まれる。テキスト、ハイライト、及びグラフィック文書の場合、無光沢仕上げが一般に好まれる。

20

30

40

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、線状ラテックスポリマー、架橋ラテックスポリマー、顔料、及び任意の電荷制御剤より得られ、約1.35未満、好ましくは約1.25未満の狭いGSDを有するトナーを、公知の分級を行わずに調製することである。

【0003】

本発明に従って調製されたトナーにより、実施の形態において具体的に予め決められた画像光沢レベルを有する高品質画像を生成することができる。また、本発明により、例えば

50

約120°C～約170°Cの低い定着温度が可能になり、これによって紙のカールをなくす或いは最小にしながらかプーザロールの寿命の長期化を図ることができる。本発明のトナーは、優れた(1)画像解像度、(2)耐褪色性、(3)光沢の均一性、及び(4)投影効率を有するカラー画像の現像に特に有効である。

#### 【0004】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明の実施の形態において、トナープロセスは、2つのラテックス、水性顔料分散液及び任意の電荷添加剤を凝集して静電的に境界付けられた凝集体を形成するステップからなり、この2つのラテックスのうち第一のラテックスは線状ポリマー粒子からなり、第二のラテックスは架橋ポリマー粒子からなり、この凝集ステップは前記線状ラテックスポリマーのガラス転移温度(T<sub>g</sub>)よりやや低い又は実施の形態においてはこれとほぼ同じ温度(例えば一般にはこの温度より約25°C～約1°C低い温度)で行われ、次にこの凝集体の構成要素を線状ラテックスポリマーのT<sub>g</sub>より約10°C～約50°C高い温度で有効時間(例えば約30分～約数時間、例えば25時間)加熱することによって一緒に融合又は溶融させて機械的に安定した一体化粒子を形成する。本発明のプロセスに使用されるこれらのラテックスは、一般にはイオン性界面活性剤及び任意で非イオン性界面活性剤を含み、顔料分散液はラテックスエマルジョンの中のイオン性界面活性剤と反対の電荷極性を有するイオン性界面活性剤を含む。これらのラテックスを顔料分散液に混合することにより、ラテックスと顔料粒子が凝集され、加熱を制御してこの凝集混合物を穏やかに攪拌することにより、粒度分布の小さいトナーサイズの凝集体を形成することができる。ラテックスの大きさは、一般には例えば体積平均粒子径が約0.05ミクロン～約2ミクロンの範囲であり、顔料の大きさは例えば約0.05ミクロン～約1.0ミクロンである。実施の形態におけるプロセスに使用されるイオン性界面活性剤の各々の量は、約0.01～約5重量%であり、非イオン安定剤はラテックスエマルジョン中に全反応混合物の約0～約5重量%の量で存在する。実施の形態において得られたトナーの画像光沢特性は様々であり、その画像光沢レベルはトナー組成物中に存在する架橋ポリマー粒子の量によって主に決まる。本発明の実施の形態において、例えば約20GGU未満(例えば約15GGU)～70GGU以上(例えば約80GGU)の画像光沢値を有するトナーが得られる。特にカラー適用においては、画像とペーパーの光沢が調和することが非常に望ましいため、トナーの画像光沢を調整する能力は重要である。例えば、約30GGU未満の低光沢画像が望ましい場合、低光沢紙が使用されるが、これに対し、画像の外観を強調するために光沢コーティングされた紙が一般に使用されるカラー応用プロセスの場合、光沢レベルが約50～約80GGU以上のより光沢のある画像が好ましい。

#### 【0005】

##### 【発明の実施の形態】

本発明の実施の形態において、ラテックス、顔料、及び添加物粒子を凝集してトナーサイズの凝集体を形成し、次にこの凝集体の各構成要素を溶融又は融合させて一体化トナー粒子を形成する、トナー生成方法が提供される。このトナー生成方法において、凝集体の大きさ及び最終的なトナーサイズを制御するためにこの凝集時の温度が制御され、このトナー組成物に組み込むために2つのラテックス(1つは線状ポリマーで、もう1つは架橋ポリマー)の混合物が選択される。

#### 【0006】

実施の形態において、本発明は、以下のステップを含むトナー調製方法に関する。

1) ブリンクマンポリトロン(Brinkmann polytron)等の高速剪断装置、ソニケーター(音波処理装置、sonicator)、又はマイクロフルイダイザー(マイクロ流体化装置、microfluidizer)を用いて、カラー顔料、即ちREGAL 330(登録商標)のようなカーボンブラック、フタロシアニン、キナクリドン、又はローダミンB(RHODAMINE B、商標)等の顔料を含む水性顔料分散液、及び塩化ベンザルコニウム等の陽イオン性界面活性剤を、ナトリウムドデシルベンゼンスルホン酸エステル等の陰イオン性界面活性剤及び非イオン性界面活性剤を含む2つのラテックスの混合物にブレンドするステップ。これら2つのラテ

10

20

30

40

50

ックスのうちの1つのラテックスは架橋ポリマーを有し、もう1つのラテックスはスチレン-ブタジエン樹脂、スチレン-イソブレン樹脂、スチレン-アクリレート樹脂等の線状ポリマーを有する。

2) 得られた綿状の混合物を線状ラテックスポリマーのT<sub>g</sub>より約25°C~約1°C低い温度で攪拌しながら加熱し、約1~約15ミクロン、好ましくは約2~約10ミクロンの体積平均粒子径を有するトナーサイズの凝集体を形成するステップ。

3) この混合物を線状ラテックスポリマーのT<sub>g</sub>より約10°C~50°C高い温度で更に加熱してこの凝集体の構成要素を溶融又は融合させ、一体化トナー粒子を形成するステップ。

4) 例えば水で洗浄して界面活性剤等を取り除き、オープン、エアロマティック (Aeromatic) 流体層乾燥機、凍結乾燥機、又はスプレードライヤー等の手段を用いて乾燥するステップ。

この方法により、体積平均粒子径が約1~約15ミクロンであって、コールターカウンターで測定したGSDが1.35未満であり、画像光沢値が20未満~70GGU以上である、トナー粒子が得られる。得られたトナーには、線状ポリマー、架橋ポリマー、顔料及び任意のトナー添加物が含まれる。

#### 【0007】

本発明の実施の形態は、線状及び架橋ポリマー粒子及び顔料を含むトナー組成物の調製プロセスを含み、このプロセスは、

(i) イオン性界面活性剤を含む顔料分散液を、(a) 線状ポリマー、即ち例えば架橋されていないポリマー、(b) 架橋ポリマー、及び(c) 非イオン性界面活性剤及び顔料分散液の中のイオン性界面活性剤の極性と反対の電荷極性を有するイオン性界面活性剤を含むラテックスエマルジョンとブレンドするステップと、

(ii) 得られた均質化混合物を線状ラテックスポリマーのT<sub>g</sub>より約25°C~約1°C低い温度で加熱して、例えば体積平均粒子径が約2~約10ミクロンであり、GSDが1.35未満、好ましくは1.25未満である、トナーサイズの凝集体を形成するステップと、この後に、

(iii) 顔料分散液の界面活性剤と反対の電荷極性を有するイオン性界面活性剤を加えたこの凝集体の懸濁液を例えば約60°C~約110°Cまで加熱し、主にこの凝集体の構成要素、即ち成分を溶融又は融合させて一体化トナー粒子を形成するステップと、続いて

(iv) 水や溶剤を用いて洗浄し、オープンの中で乾燥する等の、適切な従来の方法を用いて洗浄及び乾燥することにより、トナー生成物を分離させるステップと、を含む。

#### 【0008】

本発明の実施の形態の例としては、以下のトナーの調製プロセスが挙げられる。

#### 【0009】

A: 以下の3つのステップを含むトナー調製方法。

(i) (a) 第一イオン性界面活性剤及び任意の電荷制御剤を含む水性顔料分散液と、(b) 線状ポリマー及び架橋ポリマー粒子、任意の非イオン性界面活性剤及び前記顔料分散液の中の前記第一イオン性界面活性剤の極性と反対の電荷極性を有する第二イオン性界面活性剤を含むラテックスブレンドとをブレンドするステップ。

(ii) 得られた混合物を線状ラテックスポリマーのガラス転移温度(T<sub>g</sub>)よりやや低い温度で加熱してトナーサイズの凝集体を形成するステップ。

(iii) 前記凝集体の懸濁液を線状ラテックスポリマーのT<sub>g</sub>よりやや高い温度で加熱して前記凝集体の溶融又は融合を行うステップ。

#### 【0010】

B: Aの方法のステップ(ii)において、凝集体が形成される温度によって前記凝集体のサイズを約2~約10ミクロンの体積平均粒子径の範囲内に制御し、ステップ(iii)の前記融合により機械的に安定した一体化トナー粒子を提供する、トナーの調製方法。

## 【 0 0 1 1 】

C : A の方法における架橋ポリマーが、線状ポリマーの架橋により形成される、トナー粒子の調製方法。

## 【 0 0 1 2 】

D : A の方法における架橋ポリマーが、架橋されたポリ(スチレン - アルキルアクリレート)、ポリ(スチレン - ブタジエン)、ポリ(スチレン - イソプレン)、ポリ(スチレン - アルキルメタクリレート)、ポリ(スチレン - アルキルアクリレート - アクリル酸)、ポリ(スチレン - ブタジエン - アクリル酸)、ポリ(スチレン - イソプレン - アクリル酸)、ポリ(スチレン - アルキルメタクリレート - アクリル酸)、ポリ(アルキルメタクリレート - アルキルアクリレート)、ポリ(アルキルメタクリレート - アリールアクリレート)、ポリ(アリールメタクリレート - アルキルアクリレート)、ポリ(アルキルメタクリレート - アクリル酸)、ポリ(スチレン - アルキルアクリレート - アクリロニトリル - アクリル酸)、及び架橋されたポリ(アルキルアクリレート - アクリロニトリル - アクリル酸)からなる群より選択される、トナーの調製方法。

10

## 【 0 0 1 3 】

E : A の方法において、架橋ポリマー粒子がトナーの約 0 . 1 ~ 約 7 0 重量%、好ましくは約 1 ~ 約 5 0 重量%存在する、トナーの調製方法。

## 【 0 0 1 4 】

F : A の方法において、架橋ポリマー粒子がトナーの約 2 0 ~ 約 5 0 重量%存在する、トナーの調製方法。

20

## 【 0 0 1 5 】

G : A の方法において、線状ポリマーがトナーの約 2 5 ~ 約 9 5 重量%存在する、トナーの調製方法。

## 【 0 0 1 6 】

H : A の方法において、線状ポリマーがトナーの約 5 0 ~ 約 9 0 重量%存在する、トナーの調製方法。

## 【 0 0 1 7 】

I : A の方法に従って得られたトナーが、そのトナーの最低定着温度 ( M F T ) において約 5 ~ 約 6 0 G G U の画像光沢値を有し、この M F T が約 1 2 0 ~ 約 1 8 5 ° C である、トナーの調製方法。

30

## 【 0 0 1 8 】

J : A の方法に従って得られたトナーが、そのトナーの M F T ( 約 1 2 0 ~ 約 1 8 5 ° C ) において約 1 0 ~ 約 7 0 G G U の画像光沢値を有し、この光沢値が、トナーの中に架橋ポリマー粒子が約 0 . 1 ~ 約 7 0 重量%存在することによって可能となる、トナーの調製方法。

## 【 0 0 1 9 】

K : A の方法において、水性顔料分散液の中の界面活性剤が陽イオン界面活性剤であり、ラテックスブレンドの中の界面活性剤が非イオン性界面活性剤及び陰イオン界面活性剤である、トナーの調製方法。

## 【 0 0 2 0 】

L : A の方法において、顔料分散液の中の界面活性剤が陰イオン界面活性剤であり、ラテックスブレンドの中の界面活性剤が非イオン性界面活性剤及び陽イオン界面活性剤である、トナーの調製方法。

40

## 【 0 0 2 1 】

M : A の方法において、水性顔料分散液が、好適な界面活性剤を用いて水中に顔料を均質化することによって調製され、この均質化が約 2 5 ° C ~ 約 5 5 ° C の温度で 1 , 0 0 0 ~ 1 0 , 0 0 0 回転 / 分の攪拌速度で、約 1 分 ~ 約 1 2 0 分の間行われる、トナーの調製方法。

## 【 0 0 2 2 】

N : A の方法において、顔料分散液が、超音波プローブを用いて水中に好適な界面活性剤

50

及び顔料を入れて混合することによって調製され、この混合が、約300ワット～約900ワットのエネルギーで、約5～約50メガヘルツの振幅で、約25°C～約55°Cの温度で、約1分～約120分の間行われる、トナーの調製方法。

【0023】

O：Aの方法において、凝集ステップ(ii)が、線状ポリマーのT<sub>g</sub>より約25°C～約1°C低い温度で、約0.5時間～約6時間の間行われる、トナーの調製方法。

【0024】

P：Aの方法において、線状ポリマーが、ポリ(スチレン-ブタジエン)、ポリ(メチルメタクリレート-ブタジエン)、ポリ(エチルメタクリレート-ブタジエン)、ポリ(プロピルメタクリレート-ブタジエン)、ポリ(ブチルメタクリレート-ブタジエン)、ポリ(メチルアクリレート-ブタジエン)、ポリ(エチルアクリレート-ブタジエン)、ポリ(プロピルアクリレート-ブタジエン)、ポリ(ブチルアクリレート-ブタジエン)、ポリ(スチレン-イソプレン)、ポリ(メチルスチレン-イソプレン)、ポリ(メチルメタクリレート-イソプレン)、ポリ(エチルメタクリレート-イソプレン)、ポリ(プロピルメタクリレート-イソプレン)、ポリ(ブチルメタクリレート-イソプレン)、ポリ(メチルアクリレート-イソプレン)、ポリ(エチルアクリレート-イソプレン)、ポリ(プロピルアクリレート-イソプレン)、ポリ(ブチルアクリレート-イソプレン)、ポリ(スチレン-ブチルアクリレート)、ポリ(スチレン-ブタジエン)、ポリ(スチレン-イソプレン)、ポリ(スチレン-ブチルメタクリレート)、ポリ(スチレン-ブチルアクリレート-アクリル酸)、ポリ(スチレン-ブタジエン-アクリル酸)、ポリ(スチレン-イソプレン-アクリル酸)、ポリ(スチレン-ブチルメタクリレート-アクリル酸)、ポリ(ブチルメタクリレート-ブチルアクリレート)、ポリ(ブチルメタクリレート-アクリル酸)、ポリ(スチレン-ブチルアクリレート-アクリロニトリル-アクリル酸)、ポリ(アクリロニトリル-ブチルアクリレート-アクリル酸)からなる群より選択され、架橋ポリマーが、前記線状ポリマーが架橋したものからなる、トナーの調製方法。

【0025】

本発明の実施の形態は、顔料分散液が約0.01～約1ミクロンの体積平均粒子径を有する顔料を含み、ラテックスブレンドが約1～約70重量%の架橋ラテックスを含み、このラテックスの大きさが約0.05～約1ミクロンの体積平均粒子径である、トナーの調製方法を含む。

【0026】

実施の形態において、生成されたトナー組成物は、約25～約95重量%、より具体的には約50～約90重量%の線状ポリマーと、約0.1～約70重量%、より好適には1～約50重量%の架橋ポリマーを含み、好適には線状ポリマーの中には約1～約15重量%、又は約3～約15重量%、より具体的には約5～約12重量%の顔料又は顔料ブレンド、及び約0.1～約5重量%の電荷制御剤が含まれる。

【0027】

選択される線状ポリマー及び架橋ラテックスポリマー(実施の形態においてはポリ(スチレン-アクリレート)、ポリ(スチレン-ブタジエン)、又はポリ(スチレン-メタクリレート)であってもよい)は、様々な有効量、例えばトナー組成物の約85重量%～約98重量%存在し、ラテックスの大きさは例えばブルックヘイブン(Brookhaven)ナノサイズ粒子分析装置で測定すると体積平均粒子径が約0.01ミクロン～約2ミクロンであってもよい。

【0028】

選択される架橋ポリマーの例としては、それが架橋構造であることを除いては化学成分において線状ポリマーと同じポリマーが挙げられる。架橋ポリマーには、好適にはスチレン及びその誘導体、ジエン、アクリレート、及びメタクリレートからなる群より選択されるビニルモノマーの乳状物の重合から得られる、更なる架橋ポリマーが含まれる。アクリレートの例には、メチルアクリレート、エチルアクリレート、プロピルアクリレート、ブチルアクリレート、ペンチルアクリレート、エチルヘキシルアクリレート等が含まれ、メタ

10

20

30

40

50

クリレートの例としてはメチルメタクリレート、エチルメタクリレート、プロピルメタクリレート、ブチルメタクリレート等が挙げられる。ジビニルベンゼン等の架橋剤は、例えば約0.01～約25重量%等の有効量で存在するが、好適な範囲は約0.5～約10重量%である。選択される線状ポリマーの例は、線状ポリマーが自由に架橋できるという以外は、架橋ポリマーと同じ又は類似している。

#### 【0029】

本発明のトナーにより提供される画像光沢特性は、例えば架橋ラテックスポリマーの粒子サイズ、量、及び架橋密度に依存する。本発明の実施の形態において、ラテックスの有効な架橋密度は、約0.01～約25重量%のジビニルモノマー（例えばジビニルベンゼン）を乳状物の重合中に組み込むことによって提供される。

10

#### 【0030】

また、本発明の実施の形態において、架橋ラテックス粒子を高い割合で、例えばトナー組成物の約30～50重量%以上、特に約50重量%を組み込むことによって、光沢値が約20GGU未満、特に約10～約20GGUの無光沢画像を提供するトナーが得られる。

#### 【0031】

顔料分散液の調製は、使用される顔料の形態に主に依存する。幾つかの例では、湿った塊状で入手可能な顔料又は水を含む濃縮形状の顔料は、高速剪断混合又は均質化によって、好適な界面活性剤を用いて水の中に簡単に分散させることができる。また、顔料は乾燥した状態で入手可能であり、この場合、水中での分散は好ましくは、例えばM-110マイクロ流体化装置を用いて、この顔料分散液を約1～約10回このマイクロ流体化装置のチャンパの中を通過させてマイクロ流体化する、又は、例えば先述のイオン性又は非イオン性界面活性剤を用いて任意で分散剤を更に加え、ブランソン（Branson）700ソニケーターを用いて音波処理することによって行われる。

20

#### 【0032】

トナーの中に有効量、例えばトナーの約1～約25重量%、好ましくは約1～約15重量%存在する、選択され得る様々な既知の着色剤又は顔料には以下のものが含まれる。リーガル（REGAL）330（登録商標）等のカーボンブラック。モバイ（Mobay）マグネタイトMO8029（商標）、MO8060（商標）等のマグネタイト。コロンビアン（Columbian）マグネタイト。マピコブラック（MAPICO BLACK、商標）及び表面処理されたマグネタイト。ファイザー（Pfizer）マグネタイトCB4799（商標）、CB5300（商標）、CB5600（商標）、MCX6369（商標）。バイヤー（Bayer）マグネタイト、ベイフェロックス（BAYFERROX）8600（商標）、8610（商標）。ノーザンピグメンツ（Northern Pigments）マグネタイト、NP-604（商標）、NP-608（商標）。マグノックス（Magnox）マグネタイトTMB-100（商標）、又はTMB-104（商標）等。着色顔料としては、シアン、マゼンタ、イエロー、レッド、グリーン、ブラウン、ブルー、又はこれらの混合物を選択することができる。

30

#### 【0033】

またトナーは、アルキルピリジニウムハロゲン化物、重硫酸塩、米国特許第3,944,493号、第4,007,293号、第4,079,014号、第4,394,430号、及び第4,560,635号に記載の電荷制御剤、ホウ素、アルミニウム、亜鉛、及びクロムのヒドロキシ安息香酸錯体のような負電荷強化剤等の、既知の電荷制御剤を、例えば0.1～5重量%等の有効量で含んでいてもよい。

40

#### 【0034】

実施の形態において例えば0.1～約25重量%の量で存在する界面活性剤には、例えばローン-ポールナック（Rhone-Poulenc）より入手可能なIGEPAAL CA-210（商標）、IGEPAAL CA-520（商標）、IGEPAAL CA-720（商標）、IGEPAAL CO-890（商標）、IGEPAAL CO-720（商標）、IGEPAAL CO-290（商標）、IGEPAAL CA-210（商標）、ANTAROX 890（商標）、及びANTAROX 897（商標）等のジアルキルフェノキシポリ（

50

エチレンオキシ)エタノールのような非イオン性界面活性剤が含まれる。非イオン性界面活性剤の効果的な濃度は、実施の形態において、ラテックスエマルジョン調製に使用されるモノマーの約0.01~約10重量%、好ましくは約0.1~約5重量%である。

【0035】

イオン性界面活性剤の例には陰イオン性及び陽イオン性界面活性剤が含まれ、陰イオン性界面活性剤の例としては例えば、ドデシル硫酸ナトリウム(SDS)、ドデシルベンゼン硫酸ナトリウム、ドデシルナフタレン硫酸ナトリウム、ジアルキルベンゼンアルキル、硫酸塩及びスルホン酸エステル、アルドリッチから入手可能なアビエチン酸、花王から入手可能なNEOGEN R(商標)、NEOGEN SC(商標)等が挙げられる。一般に使用される陰イオン性界面活性剤の効果的な濃度は、ラテックスエマルジョンを調製するの

10

【0036】

本発明のトナー及びその調製方法に使用される陽イオン性界面活性剤には、例えばジアルキルベンゼンアルキル塩化アンモニウム、ラウリルトリメチル塩化アンモニウム、アルキルベンジルメチル塩化アンモニウム、アルキルベンジルジメチル臭化アンモニウム、塩化ベンザルコニウム、セチル臭化ピリジウム、C<sub>12</sub>, C<sub>15</sub>, C<sub>17</sub>トリメチル臭化アンモニウム、四級化ポリオキシエチルアルキルアミンのハロゲン化物、ドデシルベンジルトリエチル塩化アンモニウム、アルカリルケミカル社(Alkaril Chemical Company)から入手可能なMIRAPOL(商標)及びALKQUAT(商標)、花王化学から入手可能なSANIZOL(商標、塩化ベンザルコニウム)等、及びこれらの混合物が含まれる。この界面活性剤は、例えば水の重量に対して約0.1~約5重量%等の様々な有効量で使用される。好ましくは、ラテックス調製に使用される陰イオン性界面活性剤に凝集させるのに使用される陽イオン性界面活性剤の分子比は、約0.5~4、好ましくは0.5~2の範囲である。

20

【0037】

融合させる間に凝集体のサイズが更に大きくなるよう主に安定化させるためにこの凝集体懸濁液に加えられる更なる任意の界面活性剤の例としては、例えばドデシルベンゼン硫酸ナトリウム、ドデシルナフタレン硫酸ナトリウム、ジアルキルベンゼンアルキル、硫酸塩及びスルホン酸エステル、アビエチン酸、(アルドリッチから入手可能)、花王から入手可能なNEOGEN R(商標)、NEOGEN SC(商標)等の陰イオン性界面活性剤から選択することができる。また、ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸、メタロース(methalose)、メチルセルロース、エチルセルロース、ピロピルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレンソルピタンモノラウレート、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ローン-ポールナック(Rhone-Poulenc)より入手可能なIGEPAL CA-210(商標)、IGEPAL CA-520(商標)、IGEPAL CA-720(商標)、IGEPAL CO-890(商標)、IGEPAL CO-720(商標)、IGEPAL CO-290(商標)、IGEPAL CA-210(商標)、ANTAROX 890(商標)、及びANTAROX 897(商標)等のジアルキルフェノキシポリ(エチレンオキシ)エタノール等の、非イオン性界面活性剤から選択することもできる。凝集安定剤として一般に使用される陰イオン性又は非イオン性界面活性剤の効果的な濃度は、例えば凝集体懸濁液(ラテックス及び顔料粒子、任意の電荷制御剤、水、イオン性及び非イオン性界面活性剤からなる)の約0.01~約10重量%、好適には約0.5~約5重量%である。

30

40

【0038】

洗浄及び乾燥した後にトナー組成物に加えることができる表面添加物には、例えば金属塩、脂肪酸の金属塩、コロイドシリカ、シリカ、被覆シリカ、酸化金属(例えば二酸化チタ

50

ニウム等)、及びこれらの混合物等が含まれる。これらの添加物は一般には約0.1~約2重量%の量で存在する(米国特許第3,590,000号、第3,720,617号、第3,655,374号、及び第3,983,045号を参照)。好適な添加物には、ステアリン酸亜鉛及びデグッサ(Degussa)より入手可能なアエロジル(AEROSIL)R972(登録商標)が含まれ、0.1~2重量%の量で、凝集又は洗浄過程において添加、又は最終的なトナー生成物中にブレンドすることができる。

#### 【0039】

現像剤組成物は、本発明の方法に従って得られたトナーを、例えば約2~約8%のトナー濃度で、既知のキャリア粒子(スチールやフェライト等の被覆キャリアを含む)と混合することによって得られる(米国特許第4,937,166号及び第4,935,326号を参照)。

10

#### 【0040】

また、本発明のトナーを用いた画像形成方法も考えられる(例えば先述の特許及び米国特許第4,265,660号を参照)。

#### 【0041】

##### 【実施例】

##### 実施例Ⅰ

スチレン、ブチルアクリレート、及びアクリル酸の乳状物重合により得られた線状ポリマーからなるラテックスエマルジョン(a)を以下のように調製した。スチレン492.0g、ブチルアクリレート108.0g、アクリル酸12.0g、四臭化炭素6.0g及びドデカンチオール18.0gをブレンドして有機位相を調製した。水200ml中に過硫酸塩アンモニウム6.0gを入れた水溶液を、陰イオン性界面活性剤NEOGEN R(商標)13.5g(水中に60重量%の活性ナトリウムドデシルベンゼンスルホン酸エステルを含む)及び非イオン性界面活性剤ANTAROX CA897(商標)12.9g(水中に70重量%の活性ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテルを含む)が入った水溶液700mlと混合して、水性位相を調製した。次に20°Cの窒素で30分間パージしながらこの水性位相に有機位相を加え、室温(約25°C)で均質化した。続いて、得られた混合物を攪拌して1分当たり1°Cずつの速度で70°Cまで加熱し、6時間この室温に維持した。得られたラテックスポリマーの $M_w$ は25,900、 $M_n$ は5,400、及びT<sub>g</sub>の中央点は55.9°Cであった。

20

30

#### 【0042】

連鎖移動剤、四臭化炭素、及びドデカンチオールを除いた以外は上記の手順に従って、スチレン270.0g、ジビニルベンゼン30.0g、ブチルアクリレート300.0g、及びアクリル酸12.0gから、架橋ポリマー粒子からなる他のラテックスエマルジョン(b)を調製した。

#### 【0043】

ラテックスエマルジョン(a)234.0g、ラテックスエマルジョン(b)26.0g、及び水性シアン顔料分散液(4.0gの分散シアン顔料15:3及び2.6gの陽イオン性界面活性剤SANIZOL B(商標)を含む)230.0gを同時に400mlの水に加え、ポリトロンを用いて高速剪断攪拌を行った。この混合物を容量2lの反応容器に移し、50°Cで1.0時間加熱した後、20%のNEOGEN R(商標)水溶液20mlを加えた。次に、この混合物を95°Cまで加熱し、4時間のあいだこの温度で維持した。得られたトナー生成物を濾過し、水で洗浄して凍結乾燥装置の中で乾燥した。得られたトナーは、約86.7重量%の線状ポリマー樹脂、約9.6重量%の架橋ポリマー樹脂又は粒子、及び約3.7重量%のシアン顔料15:3を含んでおり、その体積平均粒子径は6.7ミクロンであり、コールターカウンターで測定したところ、GSDは1.20であった。

40

#### 【0044】

調製されたトナーの標準的な定着特性を以下のように評価した。単位領域当たりのトナー質量を1.2mg/cm<sup>2</sup>に制御し、以下の手順に従ってペーパー上に定着されていない

50

トナー画像を生成した。例えばポリ(メチルメタクリレート)、スチレン及びビニルトリエトキシシランからなるターポリマーを0.5重量%スプレーコーティングした90ミクロンの粒子径を有するフェライトコア等の好適な電子写真用キャリアと2~10重量%のトナーとを混合し、この混合物を10~30分間ロール粉碎してトナー1g当たり-5~-20マイクロクーロンの摩擦電荷(ファラデーケージを用いて測定)を生成させて、好適な電子写真現像剤を生成した。次にこの現像剤を小さな電子写真複写機(例えばMitad C-111)の中に取り入れた。この複写機において定着システムは接続されていなかった。べた領域が65mm四方であるテストパターンの未定着画像20~50枚を、Xerox Image LX紙等の一般的な電子写真複写機用紙(8.5インチ×11インチシート)上に生成した。

10

#### 【0045】

次にこれらの未定着画像を、フューザロール及びVITON表面を有する加圧ロール(これらのロールはどちらも制御された温度に加熱した)からなる熱ロールフューザシステムに供して定着させた。定着画像は約120°C~約210°Cの熱ロールの定着温度にわたって生成された。ポール N. ガードナー株式会社より入手可能なノボ-グロス(Novo-Gloss)統計グロスメーター、モデルGL-NG1002Sを用いて、入射及び反射の角度を75°にして、TAPPIスタンダードT480に従って定着画像の光沢値を測定した。定着画像の耐久性は既知の折り曲げ試験法(Crease Test)によって評価した。折ったときにトナー画像が内側になるようにして特定の重量をかけて定着画像を折り曲げた。つぎにこの画像を開いてできた折り目から脱落したトナーを綿棒で取り除いた。しわ(クリース)の近くの定着トナー画像に現れる紙基体の平均幅を、注文製の画像分析システムを用いて測定した。

20

#### 【0046】

トナーの定着性能は、許容可能な画像光沢及び定着を達成するのに必要な定着温度からこれまで判断されてきた。異なる用途に使用するために、様々な画像光沢が必要である。従来の最大許容可能クリースである65クリース単位より小さいクリース値を生成するために必要な最低定着温度は、所与のトナーの最低定着温度(MFT)として知られる。この温度で得られる光沢値は最終的な画像の光沢を示す。

#### 【0047】

この実施例で得られたトナーを上記の方法に従って評価すると、MFTが150°Cであり、この温度での光沢値が48GGUであった。

30

#### 【0048】

##### 実施例II

実施例Iのラテックスエマルジョン(a)257.0g及びラテックスエマルジョン(b)3.0gと、実施例Iの水性シアン15:3顔料分散液230.0g、及びSANIZOL B(商標)2.6gを同時に400mlの水に加え、ポリトロンを用いて高速剪断攪拌を行った。この混合物を容量2lの反応容器に移し、50°Cで1.5時間加熱した後、20%のNEOGEN R(商標)水溶液28mlを加えた。次に、この混合物を95°Cまで加熱し、5時間この温度で維持したあと、室温まで冷まし、濾過した。得られたトナーを水で洗浄して凍結乾燥装置の中で乾燥した。得られたトナー生成物は、約95.2重量%の線状ポリマー樹脂、1.1重量%の架橋ポリマー粒子、及び約3.7重量%のシアン顔料を含んでおり、その体積平均粒子径は6.6ミクロンであり、コールターカウンターで測定したところ、GSDは1.20であった。実施例Iの手順に従って評価したところ、この調製されたトナーのMFTは150°Cであり、この温度での光沢値は65GGUであった。

40

#### 【0049】

##### 実施例III

実施例Iに記載されたラテックスエマルジョン(b)の調製手順に従って、スチレン390.0g、ジビニルベンゼン30.0g、ブチルアクリレート180.0g、及びアクリル酸12.0gから、架橋ポリマー粒子からなるラテックスエマルジョン(c)を調製し

50

た。

【0050】

ラテックスエマルジョン(c)78.0g及び実施例Iのラテックスエマルジョン(a)182.0gと、実施例Iの水性シアン15:3顔料分散液230.0g、及び陽イオン性界面活性剤SANIZOL B(商標)2.6gを同時に400mlの水に加え、ポリトロンを用いて高速剪断攪拌を行った。次に得られた混合物を容量2lの反応容器に移し、53°Cで2.0時間加熱した後、20%のNEOGEN R(商標)水溶液35mlを加えた。次に、この混合物を95°Cまで加熱し、4時間この温度で維持したあと、室温まで冷ました。得られたトナーを濾過し、水で洗浄してオープンの中で乾燥した。得られたトナー生成物は、約67.4重量%の線状ポリマー、約28.9重量%の架橋ポリマー、及び約3.7重量%の15:3シアン顔料を含んでおり、その体積平均粒子径は7.0ミクロンであり、コールターカウンターで測定したところ、GSDは1.22であった。実施例Iの手順に従って評価したところ、このトナーのMFTは154°Cであり、この温度での光沢値は24GGUであった。

10

【0051】

実施例IV

実施例Iのラテックスエマルジョン(a)182.0g、実施例IIIのラテックスエマルジョン(c)120.0g、実施例Iの水性シアン15:3顔料分散液230.0g、及び陽イオン性界面活性剤SANIZOL B(商標)2.6gを同時に400mlの水に加え、ポリトロンを用いて高速剪断攪拌を行った。この混合物を容量2lの反応容器に移し、50°Cで2.0時間加熱した後、20%のNEOGEN R(商標)水溶液27mlを加えた。次に、この混合物を95°Cまで加熱し、3.5時間この温度で維持したあと、室温まで冷ました。上記線状ポリマー、上記架橋ポリマー、及び上記シアン顔料を用いて得られたトナーを濾過し、水で洗浄してオープンの中で乾燥した。得られたトナー生成物は、約59.3重量%の線状ポリマー、約37重量%の架橋ポリマー、及び約3.7重量%の15:3シアン顔料を含んでおり、その体積平均粒子径は6.7ミクロンであり、コールターカウンターで測定したところ、GSDは1.18であった。実施例Iの手順に従って評価したところ、上記トナーのMFTは154°Cであり、この温度での光沢値は17GGUであった。

20

【0052】

実施例V

実施例Iに記載されたラテックスエマルジョン(b)の調製手順に従って、スチレン462.0g、ジビニルベンゼン30.0g、ブチルアクリレート108.0g、及びアクリル酸12.0gから、架橋ポリマー粒子からなるラテックスエマルジョン(d)を調製した。

30

【0053】

ラテックスエマルジョン(d)130g、実施例Iのラテックスエマルジョン(a)130.0g、実施例Iの15:3シアン水性顔料分散液230.0g、及び陽イオン性界面活性剤SANIZOL B(商標)2.6gを同時に400mlの水に加え、ポリトロンを用いて高速剪断攪拌を行った。得られた混合物を容量2lの反応容器に移し、53°Cで2.0時間加熱した後、20%のNEOGEN R(商標)水溶液35mlを加えた。次に、この混合物を95°Cまで加熱し、4時間この温度で維持したあと、室温まで冷ました。このトナーを濾過し、水で洗浄してオープンの中で乾燥した後、約48.1重量%の上記線状ポリマー、約48.1重量%の上記架橋ポリマー、及び約3.7重量%のシアン顔料15:3を含んだトナー生成物が得られた。このトナーの体積平均粒子径は7.2ミクロンであり、コールターカウンターで測定したところ、GSDは1.23であった。実施例Iの手順に従って評価したところ、このトナーのMFTは155°Cであり、この温度での光沢値は10GGUであった。

40

【0054】

実施例VI

50

実施例 I のラテックスエマルジョン ( a ) 208.0 g、実施例 V のラテックスエマルジョン ( d ) 52.0 g、実施例 I のシアン 15 : 3 水性顔料分散液 230.0 g、及び陽イオン性界面活性剤 S A N I Z O L B ( 商標 ) 2.6 g を同時に 400 ml の水に加え、ポリトロンを用いて高速剪断攪拌を行った。この混合物を容量 2 l の反応容器に移し、53 ° C で 2.0 時間加熱した後、20 % の N E O G E N R ( 商標 ) 水溶液 35 ml を加えた。次に、この混合物を 95 ° C まで加熱し、4 時間この温度で維持したあと、室温まで冷ました。得られたトナーを濾過し、水で洗浄して凍結乾燥装置の中で乾燥した。約 77 重量 % の線状ポリマー、約 19.3 重量 % の架橋ポリマー、及び約 3.7 重量 % のシアン顔料 15 : 3 を含んでいたこのトナーは、体積平均粒子径が 6.9 ミクロンであり、コールターカウンターで測定したところ、G S D は 1.21 であった。実施例 I の手順に従って評価したところ、このトナーの M F T は 151 ° C であり、この温度での光沢値は 35 G G U であった。

## フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

G 0 3 G 9/08 3 8 4

- (72)発明者 ウォルター ミカイロウスキ  
カナダ国 エル5ビー 4エー1 オンタリオ州 ミシソーガ スイート ダブリュー1610  
ウェブ ドライブ 335
- (72)発明者 グラズィナ イー・クミーチク - ローリノヴィクス  
アメリカ合衆国 14450 ニューヨーク州 フェアポート コロニアル サークル 41
- (72)発明者 ラジュ ディー・ペイテル  
カナダ国 エル6エイチ 3エル2 オンタリオ州オークヴィル ペン ストリート 2051
- (72)発明者 デイビッド ジェイ・サンダース  
カナダ国 エル6エイチ 5ケー8 オンタリオ州オークヴィル ペティット コート 273
- (72)発明者 ステファン ブイ・ドラッペル  
カナダ国 エム5エヌ 1エックス4 オンタリオ州 トロント グレングローブ アベニュー  
ウエスト 451

審査官 高松 大

- (56)参考文献 特開平07 - 146587 (JP, A)  
米国特許第05585215 (US, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G03G 9/087  
G03G 9/08  
G03G 9/09  
G03G 9/097