

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公 開 特 許 公 報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2015-41105

(P2015-41105A)

(43) 公開日 平成27年3月2日(2015.3.2)

(51) Int.Cl.		F I				テーマコード (参考)
<b>G03G</b>	<b>9/087</b>	<b>(2006.01)</b>	<b>G03G</b>	9/08	3 8 1	2 H 5 0 0
<b>G03G</b>	<b>9/08</b>	<b>(2006.01)</b>	<b>G03G</b>	9/08	3 6 5	

審査請求 未請求 請求項の数 10 O L (全 19 頁)

(21) 出願番号 特願2014-160831 (P2014-160831) (22) 出願日 平成26年8月6日 (2014.8.6) (31) 優先権主張番号 13/972, 360 (32) 優先日 平成25年8月21日 (2013.8.21) (33) 優先権主張国 米国 (US)	(71) 出願人 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 56、ノーウォーク、ビーオーボックス 4505、グローバー・アヴェニュー 4 5 (74) 代理人 100079049 弁理士 中島 淳 (74) 代理人 100084995 弁理士 加藤 和詳 (72) 発明者 ジェイ・リー・シュナイダー アメリカ合衆国 ニューヨーク州 144 24 キャンンデューグア ウッド・ストリ ート 12 最終頁に続く
---	---

(54) 【発明の名称】 融着温度が低いトナープロセス

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】トナー粒子を作成する方法は、ラテックス、ワックスおよび任意要素の顔料の混合物を凝集させ、プレトナー粒子を作成し、プレトナー粒子を融着させ、トナー粒子を作る場合、高い融着温度は、凝集に続く温度上昇時間が長くなり、反応器およびpHシステムで過剰な汚れが生じる場合や、粗粒子の成長も引き起こす場合がある。

【解決手段】プレトナー粒子のほぼガラス転移温度から約75 までの範囲内になるように選択された実質的に一定の目標温度でプレトナー粒子を融着させ、それによって、融着工程中に、実質的に一定の粒度分布を有するトナー粒子を作る。

【選択図】なし

**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

トナー粒子を作成する方法であって、  
ラテックス、ワックスおよび任意要素の顔料を含む混合物を凝集させ、プレトナー粒子を作成することと；

プレトナー粒子のほぼガラス転移温度から約 75 までの範囲内になるように選択された実質的に一定の目標温度でプレトナー粒子を融着させ、それによって、融着工程中に、実質的に一定の粒度分布を有するトナー粒子を作ることを含む、方法。

**【請求項 2】**

実質的に一定の目標温度が、直接的なジャケット制御による加熱によって達成される、  
請求項 1 に記載の方法。 10

**【請求項 3】**

融着工程前または融着工程中に、プレトナー粒子にシェルラテックスを加え、それによってシェル - コアトナー粒子を作ることとをさらに含む、請求項 1 に記載の方法。

**【請求項 4】**

混合物が着色剤を含む、請求項 1 に記載の方法。

**【請求項 5】**

トナー粒子が、過剰に顔料を含む、請求項 1 に記載の方法。

**【請求項 6】**

トナー粒子が、超微粒子である、請求項 1 に記載の方法。 20

**【請求項 7】**

トナー粒子が、融着期間にわたって実質的に一定の  $D_{50} - D_{84}$  比によって示されるように、融着工程中に低い粗粒子生成度を示す、請求項 1 に記載の方法。

**【請求項 8】**

トナー粒子が、約 60 J / s 未満の誘電損失を示す、請求項 1 に記載の方法。

**【請求項 9】**

トナー粒子を作成する方法であって、  
ラテックス、ワックスおよび着色剤を凝集させ、プレトナー粒子を作成することと；  
プレトナー粒子のほぼガラス転移温度から約 75 までの範囲の実質的に一定の目標温度でプレトナー粒子を融着させ、それによってトナー粒子を作ることとを含み、トナー粒子が、融着工程中に低い粗粒子生成度を示し、融着期間にわたって実質的に一定の  $D_{50} - D_{84}$  比を有する、方法。 30

**【請求項 10】**

ラテックス、ワックスおよび着色剤を凝集させ、プレトナー粒子を作成することと；  
プレトナー粒子のほぼガラス転移温度から約 75 までの範囲の実質的に一定の目標温度でプレトナー粒子を融着させ、それによってトナー粒子を作ることとを含み、トナー粒子が、過剰に顔料を含み、約 60 J / s 未満の誘電損失を示す、方法。

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

本明細書で開示する実施形態は、トナー粒子を調製するためのプロセスに関する。さらに具体的には、本明細書で開示する実施形態は、トナー粒子の作成中にラテックス粒子の融着を制御するプロセスに関する。 40

**【背景技術】****【0002】**

従来の凝集 / 融着プロセスでは、高温度（約 80 以上）によって、凝集したラテックス粒子を融着して連続的なトナー粒子にする。しかし、高温を使用するのはエネルギー集約的な場合があり、凝集に続く温度上昇時間が長くなり、反応器および pH システムで過剰な汚れが生じる場合がある。このような汚れに起因して、あらゆる処理装置および pH システムの激しい洗浄が必要な場合がある。さらに、高い融着温度は、粗粒子の成長も引 50

き起こす場合があり、この問題は、従来のカスケード制御による加熱システムでの加熱するジャケットからの温度の急激な上昇によって悪化し得る問題である。

【 0 0 0 3 】

カスケード制御による加熱は、典型的には、目標とする反応温度の要求を満たすために、加熱要素（例えば、加熱ジャケット）の温度を調節するために用いられるフィードバック温度コントローラと組み合わせた反応温度の直接的な監視を含む。フィードバックコントローラが、反応混合物を目標温度まで上げるための必要性に応答して加熱要素の出力を調節する場合、温度の急激な上昇が生じる場合がある。必要な反応温度または他の環境を得るのがわずかに遅れ、フィードバックコントローラがもっと加熱が必要であるというシグナルを発し、全体的には、加熱要素を加熱しすぎ、反応温度が目標温度を超えてしまうことがある。

10

【図面の簡単な説明】

【 0 0 0 4 】

【図 1】図 1 は、目標融着温度が約 85 であるトナー製造中の時間に対する温度のグラフを示し、点線は、明細書で開示する実施形態の例示的な低い目標温度を示す。

【図 2】図 2 は、直接的なジャケット制御による加熱に対するカスケード制御による加熱のジャケット温度変動性を示すグラフを示す。X 軸は分単位での時間であり、Y 軸は単位での温度である。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 0 5 】

20

トナー粒子を作成する方法であって、ラテックス、ワックスおよび任意要素の顔料を含む混合物を凝集させ、プレトナー粒子を作成することと；プレトナー粒子のほぼガラス転移温度から約 75 までの範囲内になるように選択された実質的に一定の目標温度でプレトナー粒子を融着させ、それによって、融着工程中に、実質的に一定の粒度分布を有するトナー粒子を作ることを含む、方法。

【 0 0 0 6 】

典型的なトナー粒子融着プロセスは、約 85 で行われ、サイクル時間は、全種類の色について約 1 ～ 約 5 時間の範囲で変わる。本明細書に開示するプロセスは、（ 1 ）融着温度を下げ、（ 2 ）カスケード型制御を避けることによってもっと厳しく温度制御することによって、トナー粒子の性能と、融着段階での製造サイクル時間を改良し得る 2 種類の手法を使用する。温度が低いと、融着時間がわずかに長くなることがあるが、失われた時間は、凝集に続き低い融着温度に到達するまでの温度上昇時間が減ることによって相殺されると思われ、融着終了までの温度上昇から、サイクル時間が全体的に短くなるだろう。

30

【 0 0 0 7 】

従来のトナー製造プロセスから融着プロセスまでの例示的な時間経過に伴う温度プロットを図 1 に示し、目標融着温度は約 85 である。図 1 からわかると思われるが、融着温度まで温度を上げるための 2 時間の最後の時間は、75 から 85 まで上げるのにかかる時間である。温度上昇自体は、トナー製造プロセスに機能を与えず、もっと低い温度で融着を行うための埋め合わせ可能な時間をあらわす。例示的な実施形態によれば、図 1 の約 75 にある点線は、低い温度での融着に必要な時間が増えることに依存して、潜在的に全体的なサイクル時間を短くするように低い融着温度を目標とすることによって、85 まで温度を上げる時間を節約することができることを示す。融着温度を下げると、各バッチに必要なエネルギーも減る場合があり、エネルギー費を最低限にしつつ、環境への利点を与えることができる。

40

【 0 0 0 8 】

具体的な実施形態では、ジャケットによって制御される加熱を用いることによって、本明細書に開示する方法は、制御下で粗粒子の成長を維持するのに役立つ温度急上昇の発生を減らすだろう。実質的に一定の温度を維持し、温度急上昇を避けるための他の方法は、当業者には明らかであろう。加えられる利点として、本明細書に開示するプロセスは、誘電損失が小さいトナー製品を与え、これは、転写効率の損失および印刷物での高いバック

50

グラウンドを生じ得る誘電帯電を減らすのに重要である。

【 0 0 0 9 】

したがって、本明細書で開示する実施形態は、トナー粒子を作成する方法であって、ラテックスおよびワックスを含む混合物を凝集させ、プレトナー粒子を作成することと；ラテックス粒子のほぼガラス転移温度から約 75 までの範囲の実質的に一定の目標温度でプレトナー粒子を融着させ、それによってトナー粒子を作ることを含む方法を提供し、それによって、トナー粒子は、一連の融着工程中にわたって実質的に一定の粒度分布を有する。

【 0 0 1 0 】

具体的な実施形態では、実質的に一定の目標温度は、直接的なジャケット制御による加熱によって維持される。本明細書で使用する場合、「実質的に一定の目標温度」は、その加熱方法が、従来の加熱システム（例えば、カスケードによる加熱システム）に関連する温度急上昇を避けることを意味する。例えば、図 2 を参照。点線は、カスケード制御による加熱を使用するとき、約 75 での融着期間にわたる温度のゆらめきを示す。いくつかの実施形態では、「実質的に一定の目標温度」は、目標温度を約  $\pm 0.2$  の範囲内で維持することを指す。

10

【 0 0 1 1 】

本明細書で使用する場合、「プレトナー粒子」は、一般的に、凝集融着プロセスの一部として、任意の添加剤を伴うラテックスの凝集粒子の初期の塊を指す。つまり、プレトナー粒子は、凝集後、融着前の生成物をあらわす。

20

【 0 0 1 2 】

本明細書で使用する場合、「目標温度」は、一般的に、融着工程を行うべき温度を指す。いくつかの実施形態では、目標温度は、従来の融着温度よりも低い、融着が起こる任意の温度であってもよい。ある実施形態では、目標温度は、従来のトナー融着温度よりも約 5 、または約 10 、または約 15 低くてもよい。当業者は、目標温度の実際の選択が、特に、使用するラテックスの実際の組成に依存して変わり得ることを理解するだろう。例示的な実施形態では、目標温度は、典型的なポリエステルラテックスでは約 75 であってもよいが、この温度は、ラテックス粒子のほぼガラス転移温度から約 75 までのいずれかであってもよい。ある実施形態では、目標温度は、ラテックス粒子のガラス転移温度よりも少なくとも約 5 、または約 10 、または約 15 高くてもよい。ガラス転移温度より高い実際の温度の選択は、低い温度で操作するエネルギー節約の費用 - 効果分析と、融着を完了するのに必要な時間が長くなることとのバランスによって選択されてもよい。

30

【 0 0 1 3 】

本明細書で使用する場合、「ジャケット制御による加熱」は、反応混合物の温度を調節するためのジャケット温度の直接的な制御を指す。実際に、ジャケットの加熱は、フィードバック温度コントローラとは独立して操作される。この様式で、固定されたジャケット温度が選択され、一方、反応温度を別個に監視してもよい。いくつかの実施形態では、ジャケット温度は、最初は、目標温度よりわずかに高く選択されてもよく、目標温度に達したら、ジャケット温度を、目標温度を満たすように下げてもよい。これによって、望ましくない温度急上昇を避けつつ、温度をなめらかに制御することができるだろう。

40

【 0 0 1 4 】

本明細書で使用する場合、「実質的に一定の粒度分布」は、一連の融着の間に、少なくとも、平均粒径と、ここから外れた粒径とが、実質的に同じ比率のままであることを意味する。この粒径を厳しく制御する能力は、実質的に一定の温度を与えることによって温度急上昇がないことを反映している。いくつかの実施形態では、実質的に一定の粒度分布は、実質的に一定の  $D_{50} - D_{84}$  比によってあらわすことができる。

【 0 0 1 5 】

乳化凝集プロセスでは、適切な反応器（例えば、混合容器）に反応剤を加えてもよい。次いで、ラテックス、任意要素の着色剤分散物、ワックスおよび凝集剤のブレンドを攪拌

50

し、ラテックスの $T_g$ 付近の温度まで、いくつかの実施形態では、約30～約70、いくつかの実施形態では、約40～約65まで加熱してもよく、凝集物として、体積平均粒径が約3ミクロン～約15ミクロン、いくつかの実施形態では、体積平均粒径が約5ミクロン～約9ミクロンのプレトナー粒子を生じてもよい。ある実施形態では、プレトナー粒子は、超微細トナーを製造するために、もっと小さくてもよい。

【0016】

いくつかの実施形態では、方法は、融着工程前または融着工程中に、プレトナー粒子にシェルラテックスを加えることをさらに含んでもよい。コアに使用される任意のラテックスを、シェルラテックスを作成するためにも利用してもよい。いくつかの実施形態では、ポリエステルまたはスチレン-アクリレートコポリマーを利用し、シェルラテックスを作成してもよい。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ラテックスは、ガラス転移温度が約35～約75、いくつかの実施形態では、約40～約70であってもよい。いくつかの実施形態では、コアのための第1のラテックスとシェルのための第2のラテックスのブレンドを含むプレトナー粒子に接するようにシェルが作られてもよい。いくつかの実施形態では、シェルまたはコアラテックス、または両者に、以下にさらに記載するように電荷制御剤を組み込んでもよい。

10

【0017】

トナー粒子の望ましい最終粒径（いくつかの実施形態では、約3ミクロン～約12ミクロン、他の実施形態では、約4ミクロン～約8ミクロン）に達するまで、シェルラテックスを塗布してもよい。他の実施形態では、凝集粒子が生成したらシェルラテックスを加える、系中で種物質を加えるラテックスの半連続乳化共重合によってトナー粒子を調製してもよい。

20

【0018】

いくつかの実施形態では、ラテックスおよび水性着色剤分散物を凝集させている間または凝集させる前に、凝固剤を加えてもよい。処理条件に応じ、凝固剤を約1分～約60分、いくつかの実施形態では、約1.25分～約20分かけて加えてもよい。

【0019】

凝固剤をトナーの約0.01～約5重量%、いくつかの実施形態では、トナーの約0.1～約3重量%の量で加えてもよい。

【0020】

トナー粒子を作成するときに、複合体化を引き起こすことが可能な任意の凝集剤を使用してもよい。アルカリ土類金属および/または遷移金属の塩を凝集剤として利用することができる。次いで、得られたラテックス（場合により分散物の状態）、CCA（場合により分散物の状態）、任意要素の着色剤分散物、任意要素のワックス、任意要素の凝固剤および任意要素の凝集剤のブレンドを攪拌し、ラテックスの $T_g$ より低い温度まで、いくつかの実施形態では、約30～約70、いくつかの実施形態では、約40～約65まで、約0.2時間～約6時間、いくつかの実施形態では、約0.3時間～約5時間かけて加熱してもよく、体積平均粒径が約3ミクロン～約15ミクロン、いくつかの実施形態では、体積平均粒径が約4ミクロン～約8ミクロンのトナー凝集物を生じてもよい。

30

【0021】

トナー粒子の望ましい最終粒径に達したら、混合物のpHを、塩基を用いて約3.5～約7、いくつかの実施形態では、約4～約6.5の値に調節してもよい。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を挙げることができる。アルカリ金属水酸化物を混合物の約0.1～約30重量%、いくつかの実施形態では、混合物の約0.5～約15重量%の量で加えてもよい。

40

【0022】

その後、ラテックス、CCAに組み込まれた任意要素のラテックス、任意要素の着色剤および任意要素のワックスの混合物を本明細書で開示する実施形態にしたがって融着させてもよい。いくつかの実施形態では、融着温度を、約75を超えない目標温度に設定し

50

てもよい。例えば、典型的な低融点ポリエステルは、融着温度が約 75 以下で行われてもよいこのようなシステムの 1 つであってもよい。融着は、この温度より高く加熱すること（約 80 ～ 約 99 、いくつかの実施形態では、約 85 ～ 約 98 まで約 0.5 時間～ 約 1.2 時間、いくつかの実施形態では、約 1 時間～ 約 6 時間かけて加熱することを含む）であってもよい。75 を超える任意の目標温度を選択してもよいが、但し、このような目標温度は、特定のラテックスの融着で通常利用される温度よりも低い。いくつかのこのような実施形態では、目標温度は、従来の融着温度より少なくとも 5 、 10 、または 15 低くてもよい。75 を超える目標温度を有すると思われるラテックスの例としては、例えば、スチレン系ラテックスが挙げられる。融着は、さらなる攪拌によって促進されてもよい。

10

#### 【0023】

ジャケット制御による加熱による融着は、目標温度、または目標温度より約 5 ～ 約 10 高い温度であってもよい固定したジャケット温度を選択することによって達成されてもよい。温度が目標温度に近づくにつれて、ジャケットの温度を目標温度より低い温度に調節してもよい。ある実施形態では、凝集したプレトナー粒子を目標温度にする前に、ジャケット温度をあらかじめ平衡状態にしておいてもよい。ある実施形態では、目標温度より約 5 ～ 約 10 下まではカスケード型の制御を使用してもよく、次いで、温度をジャケット制御に切り替えてもよい。いくつかの実施形態では、目標温度まで上げるジャケット制御を行った後、目標温度に達した後にのみ、カスケード制御によって目標温度を維持してもよい。いくつかの実施形態では、十分に低い目標温度を使用する場合、カスケード制御を使用してもよいが、但し、任意の温度上昇が、粒子の特徴（例えば、粒度分布）に悪い影響を与えない場合に限る。別の方法で、上述のように、完全なジャケット制御を使用してもよい。

20

#### 【0024】

いくつかの実施形態では、本明細書に開示する方法は、約 85 まで温度を上げるための時間と融着工程を完結させるための時間を合わせた時間に比べ、目標温度まで上げるための時間と、融着工程を完結させるための時間を合わせた時間を短くするだろう。いくつかの実施形態では、約 85 まで温度を上げるための時間と融着工程を完結させるための時間を合わせた時間は、典型的な低融点ポリエステルをあらわし、この場合、本発明の方法は、約 75 以下の温度で行う。本明細書に記載されるように、融着温度を低くすると、ほとんどの状況で融着時間がわずかに長くなるが、融着温度まで上げるのにかかる時間を短くすることができる。したがって、融着終了までに目標温度まで上げる全体的なサイクル時間は、実際に、低い温度で短くなるだろう。

30

#### 【0025】

次いで、融着後、混合物の pH を、例えば、酸を用いて約 3.5 ～ 約 6、いくつかの実施形態では、約 3.7 ～ 約 5.5 まで下げ、トナー凝集物を融着させてもよい。適切な酸としては、例えば、硝酸、硫酸、塩酸、クエン酸または酢酸が挙げられる。加えられる酸の量は、混合物の約 0.1 ～ 約 30 重量%、いくつかの実施形態では、混合物の約 1 ～ 約 20 重量%であってもよい。

40

#### 【0026】

冷却工程または凍結工程で、混合物を冷却する。約 20 ～ 約 40 、いくつかの実施形態では、約 22 ～ 約 30 の温度で約 1 時間～ 約 8 時間、いくつかの実施形態では、約 1.5 時間～ 約 5 時間冷却してもよい。

#### 【0027】

いくつかの実施形態では、融着したトナーラリーの冷却は、冷媒（例えば、氷、ドライアイスなど）を加え、約 20 ～ 約 40 、いくつかの実施形態では、約 22 ～ 約 30 にすばやく冷却することによる急冷を含む。少量のトナー（例えば、約 2 リットル未満、いくつかの実施形態では、約 0.1 リットル～ 約 1.5 リットル）のとき、急冷は実現可能であろう。もっと大きなスケールのプロセスでは、例えば、大きさを約 10 リットルより大きい場合、トナー混合物の迅速な冷却は、最終トナーラリーを取り出したとき

50

に熱交換器を導入することによって実行してもよい。

【0028】

次いで、トナースラリーを洗浄してもよい。約7～約12、いくつかの実施形態では、約9～約11のpHで洗浄を行ってもよい。約30～約70、いくつかの実施形態では、約40～約67の温度で洗浄してもよい。洗浄は、濾過し、トナー粒子を含む濾過ケーキを脱イオン水で再び懸濁させることを含んでいてもよい。濾過ケーキを脱イオン水で1回以上洗浄してもよく、または、スラリーのpHを酸で調節して約4のpHで脱イオン水によって1回洗浄してもよく、その後、場合により、脱イオン水で1回以上洗浄してもよい。

【0029】

約35～約75、いくつかの実施形態では、約45～約60の温度で乾燥を行ってもよい。粒子の水分量が、設定目標である約1重量%未満、いくつかの実施形態では、約0.7重量%未満になるまで乾燥を続けてもよい。

【0030】

トナー粒子は、CCA、いくつかの実施形態では、ラテックスに組み込まれたCCAをトナー粒子の約0.01重量%～約10重量%、いくつかの実施形態では、トナー粒子の約0.1重量%～約8重量%の量で含んでいてもよい。

【0031】

いくつかの実施形態では、本明細書に開示する方法によって作られるトナー粒子は、以下の特性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、約3～約25 $\mu\text{m}$ 、または約4～約15 $\mu\text{m}$ 、または約4.5～約10 $\mu\text{m}$ ；(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、約1.05～約1.55、例えば、約1.1～約1.4、約1.15～約1.35、または約1.20～約1.30；(3)真円度が約0.93～約1、例えば、約0.94～約0.99、約0.95～約0.98、または約0.96～約0.97；および(4)粗粒子含有量が、約0.01%～約10%、例えば、約0.1%～約5%、約0.3%～約3%、または約0.5%～約2%。

【0032】

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。本明細書に開示する方法は、融着期間にわたって実質的に一定の $D_{50} - D_{84}$ 比によって示されるように、融着工程中に低い粗粒子生成度を示すトナー粒子を与えてもよい。体積平均粒径 $D_{50v}$ 、GSDvおよびGSDnは、例えば、製造業者の指示にしたがって操作されたBeckman Coulter Multisizer 3のような装置を用いて測定されてもよい。GSDvは、( $D_{84} / D_{50}$ )の場合の体積(粗粒子量)による上側幾何標準偏差(GSDv)を指す。GSDnは、( $D_{50} / D_{16}$ )の場合の数(微粒子量)による幾何標準偏差(GSDn)を指す。累積でトナー粒子全体の50%に達する粒径は、体積 $D_{50}$ であると定義され、累積でトナー粒子全体の84%に達する粒径は、体積 $D_{84}$ であると定義される。これらの上述の体積平均粒度分布指数GSDvは、累積分布で $D_{50}$ および $D_{84}$ を用いてあらわすことができ、体積平均粒度分布指数GSDvは、(体積 $D_{84} /$ 体積 $D_{50}$ )としてあらわされる。これらの上述の数平均粒度分布指数GSDnは、累積分布で $D_{50}$ および $D_{16}$ を用いてあらわすことができ、数平均粒度分布指数GSDnは、(数 $D_{50} /$ 数 $D_{16}$ )としてあらわされる。GSD値が1.0に近いほど、粒子間に存在する分散物の大きさが小さい。上述のGSD値は、トナー粒子の場合、そのトナー粒子が狭い粒度分布を有するように作られることを示す。

【0033】

以下のように代表的なサンプリングを行ってもよい。少量のトナーサンプル(約1g)を得て、これを25 $\mu\text{m}$ ふるいで濾過し、次いで、等張性溶液にいれ、濃度約10%を得て、次いで、このサンプルをBeckman Coulter Multisizer 3にかける。

【0034】

10

20

30

40

50

トナー粒子の真円度は、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。真円度は、完全な球への粒子の近さの指標である。真円度が1.0は、完全に円形の球の形状を有する粒子を特定する。体積平均真円度は、製造業者の指示にしたがって操作された測定装置（例えば、Flow Particle Image Analysis (FPIA)、例えば、Sysmex Corporationから市販されるSysmex（登録商標）Flow Particle Image Analyzer）を用いて測定されてもよい。代表的なサンプリングは、以下のように行ってもよい。約0.5gのトナーサンプルを得て、25μmのふるいで濾過し、次いで、脱イオン水に入れ、濃度約5%を得て、次いで、このサンプルをFlow Particle Image Analyzerで操作する。

10

#### 【0035】

トナー粒子の粗粒子含有量は、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。粗粒子含有量は、ふるいによってぬれた状態でふるい分けし、粗粒子を集めることによって測定されてもよく、または、製造業者の指示にしたがって操作された測定装置（例えば、coulter counter、例えば、Beckman Coulterから市販されるBeckman Coulter Counter Multisizer 3）によって測定されてもよい。代表的なサンプリングは、以下のように行ってもよい。少量のトナーサンプル（約1g）を得て、25μmのふるいで濾過し、次いで、等張性溶液に入れ、濃度約10%を得て、次いで、このサンプルをBeckman Coulter Multisizer 3で操作する。

20

#### 【0036】

さらに、本明細書に開示する方法は、約60J/s（ワット）未満の誘電損失を示すトナー粒子を与えてもよい。いくつかの実施形態では、誘電損失は、約50J/s未満であってもよい。いくつかの実施形態では、本明細書に開示する方法によって作られるトナーは、当該技術分野で知られるように、または本明細書に教示するように計算された誘電損失が約30～約70J/s、約40～約60J/s、約40～約50J/sなどであることによって特徴付けられてもよい。いくつかの実施形態では、誘電損失の低下は、約60J/s未満、約55J/s未満、約50J/s未満である。本明細書に開示する方法は、融着後のエマルションの迅速な冷却または急冷と組み合わせ、低い融着温度を使用してもよく、例えば、存在する場合、結晶性樹脂およびワックスの融点よりも高い融着目標温度を使用して製造されたトナーと比較し、トナーの誘電損失を少なくとも約60%、少なくとも約50%、少なくとも約40%、少なくとも約30%少なくすることができる。ここでもまた、理論によって束縛されないが、Tcを下げることによって、急冷によって、または、これら両方によって、トナー中の樹脂およびワックスの流動を減らしてもよく、したがって、顔料は、移動が制限され、例えば、粒子表面または粒子表面付近にとどまってもよく、それによって、導電性の領域を作り出してもよく、このような導電性の領域が、なぜ誘電損失が高いかを説明するだろう。したがって、本明細書に開示するトナーは、顔料保持量が多く（例えば、過剰に顔料を含むトナー）、シェル保持量が多く、誘電損失が小さい状態で作られてもよく、過剰に顔料を含まないトナーに近づく。

30

#### 【0037】

トナーペレットを作り、これをパネ付きの直径2インチの正確に磨いたブランジャを有する型に入れ、約2000psiで2分間プレスすることによって、誘電損失を決定することができる。ブランジャ（片方の電極として作用する）との接触を維持しつつ、次いで、ペレットを型からパネ仕掛けの支持体に出し、加圧状態でペレットを保持し、これがカウンタ電極としても作用する。覆われた1メートルのBNCケーブルを介したHP4263B LCR Meterを用い、周波数100KHzおよび1VACでの静電容量（Cp）および損失係数（D）を測定することによって、誘電性および誘電損失を決定することができる。誘電定数は、 $E' = [Cp(pF) \times \text{厚み}(mm)] / [8.854 \times A_{\text{effective}}(m)]$  として計算することができる。この値8.854は、真空誘電率（イブシロン）であるが、Cpはファラドではなくピコファラドであり、厚みは、メ

40

50



ートルではなくmmであることを考慮した単位である。 $A_{effective}$ は、サンプルの有効面積である。誘電損失は、 $E \times$  散逸因子と等しく、サンプルにどの程度多くの電気の散逸が存在するかであり、すなわち、コンデンサがどの程度漏れるかである。値を単純にするために、これに1000を掛け算する。したがって、報告された誘電損失値70は、測定された誘電損失が $70 \times 10^{-3}$ 、または0.070であることを示す。

#### 【0038】

いくつかの実施形態では、ラテックス、ワックスおよび着色剤を凝集することによってプレトナー粒子を作成し、凝集したラテックス粒子のほぼガラス転移温度から約75までの範囲の目標温度でプレトナー粒子を融着させ、それによってトナー粒子を作る方法が提供され、トナー粒子が、融着期間にわたって実質的に一定の $D_{50} - D_{84}$ 比によって示されるように、融着工程中に低い粗粒子生成度を示す。いくつかのこのような実施形態では、この方法は、融着工程中に、プレトナー粒子にシェルラテックスを加えることをさらに含んでいてもよい。

10

#### 【0039】

いくつかの実施形態では、ラテックス、ワックスおよび着色剤を凝集することによってプレトナー粒子を作成し、凝集したラテックス粒子のほぼガラス転移温度から約75までの範囲の実質的に一定の目標温度でプレトナー粒子を融着させ、それによってトナー粒子を作る方法が提供され、トナー粒子が、過剰に顔料を含み、約60未満の誘電損失を示す。

20

#### 【0040】

トナー粒子は、ポリマー樹脂（例えば、特定の画像作成デバイスで使用するためのトナーの着色剤を含有するか、または保有する粒状物の作成に使用するのに適したモノマーから作られたポリエステル樹脂）を含んでいてもよい。当該技術分野で知られるように、トナー粒子を製造するための所定範囲のモノマーが知られている。以下の記載は、主にポリエステルポリマーに関するものであるが、目的の方法を、粒子を望ましいパラメータに仕上げる最終的な工程が設計上の選択である任意の方法によって作られる任意の樹脂に適用することができる。

#### 【0041】

一般的に、任意の適切な1種類以上のモノマーを重合させ、ポリエステル樹脂またはコポリマーを作成してもよい。

30

#### 【0042】

トナーまたはトナー粒子を作成するときに、1種類、2種類、またはもっと多種類のポリマーを使用してもよい。2種類以上のポリマーが用いられる実施形態では、ポリマーは、任意の適切な比率（例えば、重量比）であってもよく、例えば、2種類の異なるポリマーが、設計上の選択として、約1%（第1のポリマー）/99%（第2のポリマー）～約99%（第1のポリマー）/1%（第2のポリマー）、いくつかの実施形態では、約10%（第1のポリマー）/90%（第2のポリマー）～約90%（第1のポリマー）/10%（第2のポリマー）、両方が等量などであってもよい。

#### 【0043】

いくつかの実施形態では、トナーは、2種類以上のアモルファスポリエステル樹脂を含んでいてもよい。いくつかの実施形態では、トナーは、結晶性ポリエステル樹脂を含んでいてもよい。いくつかの実施形態では、トナーは、2種類以上のアモルファス樹脂と、1種類の結晶性樹脂とを含む。

40

#### 【0044】

トナーが、例えば、2種類のアモルファス樹脂と1種類の結晶性樹脂とを含む実施形態では、3種類の樹脂の重量比は、第1のアモルファス樹脂約20%/第2のアモルファス樹脂70%/結晶性樹脂10%～第1のアモルファス樹脂約60%/第2のアモルファス樹脂20%/結晶性樹脂20%であってもよい。

#### 【0045】

いくつかの実施形態では、2種類のアモルファスポリエステル樹脂を利用する場合、片

50

方のアモルファスポリエステル樹脂は、高分子量であってもよく、第2のアモルファスポリエステル樹脂は、低分子量であってもよい。本明細書で使用する場合、高分子量アモルファス樹脂は、例えば、重量平均分子量(MW)が、ポリスチレン標準を用いたゲル浸透クロマトグラフィー(GPC)によって決定される場合、約55,000より大きく、例えば、約55,000~約150,000、いくつかの実施形態では、約50,000~約100,000、いくつかの実施形態では、約60,000~約95,000、いくつかの実施形態では、約70,000~約85,000であってもよい。

#### 【0046】

高分子量アモルファスポリエステル樹脂は、酸価が、約8~約20mg KOH/グラム、いくつかの実施形態では、約9~約16mg KOH/グラム、いくつかの実施形態では、約11~約15mg KOH/グラムであってもよい。高分子量アモルファスポリエステル樹脂は、多くの商業的な供給業者から入手可能であり、種々の融点、例えば、約30~約140、いくつかの実施形態では、約75~約130、いくつかの実施形態では、約100~約125、いくつかの実施形態では、約115~約121を有していてもよい。

10

#### 【0047】

低分子量アモルファスポリエステル樹脂は、例えば、ポリスチレン標準を用いたGPCによって決定される場合、MWが50,000以下、例えば、約2,000~約50,000、いくつかの実施形態では、約3,000~約40,000、いくつかの実施形態では、約10,000~約30,000、いくつかの実施形態では、約15,000~約25,000であってもよい。低分子量アモルファスポリエステル樹脂は、商業的な供給業者から入手可能であり、酸価が、約8~約20mg KOH/グラム、いくつかの実施形態では、約9~約16mg KOH/グラム、いくつかの実施形態では、約10~約14mg KOH/グラムであってもよい。低分子量アモルファス樹脂は、開始Tgが、例えば、示差走査熱量測定(DSC)によって測定される場合、例えば、約40~約80、いくつかの実施形態では、約50~約70、いくつかの実施形態では、約58~約62であってもよい。ポリマーは、固形物基準で、トナー粒子の約65~約95重量%、約75~約85重量%の量で存在していてもよい。

20

#### 【0048】

混合物(例えば、アモルファスおよび結晶性ポリエステル樹脂)を使用する場合、結晶性ポリエステル樹脂とアモルファスポリエステル樹脂の比率は、約1:99~約30:70、約5:95~約25:75、いくつかの実施形態では、約5:95~約15:95の範囲であってもよい。

30

#### 【0049】

具体的な結晶性樹脂としては、ポリ(エチレン-アジペート)、ポリ(プロピレン-アジペート)、ポリ(ブチレン-アジペート)、ポリ(ペンチレン-アジペート)、ポリ(ヘキシレン-アジペート)、ポリ(オクチレン-アジペート)、ポリ(エチレン-サクシネート)、ポリ(プロピレン-サクシネート)、ポリ(ブチレン-サクシネート)、ポリ(ペンチレン-サクシネート)、ポリ(ヘキシレン-サクシネート)、ポリ(オクチレン-サクシネート)、ポリ(エチレン-セバケート)、ポリプロピレン-セバケート)、ポリ(ブチレン-セバケート)、ポリ(ペンチレン-セバケート)、ポリ(ヘキシレン-セバケート)、ポリ(オクチレン-セバケート)、ポリ(デシレン-セバケート)、ポリ(デシレン-デカノエート)、ポリ(エチレン-デカノエート)、ポリ(エチレンドデカノエート)、ポリ(ノニレン-セバケート)、ポリ(ノニレン-デカノエート)、コポリ(エチレン-フマレート)-コポリ(エチレン-セバケート)、コポリ(エチレン-フマレート)-コポリ(エチレン-デカノエート)、コポリ(エチレン-フマレート)-コポリ(エチレン-ドデカノエート)、コポリ(2,2-ジメチルプロパン-1,3-ジオール-デカノエート)-コポリ(エチレン-アジペート)、アルカリコポリ(5-スルホイソフタロイル)-コポリ(プロピレン-アジペート)、アルカリコポリ(5-スルホイソフタロイル)-コポリ(ブチレン-アジペート)、アルカリコポリ(5-スルホ-イ

40

50

ソフトタロイル) - コポリ (ペンチレン - アジペート)、アルカリ コポリ (5 - スルホ -  
 イソフタロイル) - コポリ (ヘキシレン - アジペート)、アルカリ コポリ (5 - スルホ  
 - イソフタロイル) - コポリ (オクチレン - アジペート)、アルカリ コポリ (5 - スル  
 ホ - イソフタロイル) - コポリ (エチレン - アジペート)、アルカリ コポリ (5 - スル  
 ホ - イソフタロイル) - コポリ (プロピレン - アジペート)、アルカリ コポリ (5 - ス  
 ルホ - イソフタロイル) - コポリ (ブチレン - アジペート)、アルカリ コポリ (5 - ス  
 ルホ - イソフタロイル) - コポリ (ペンチレン - アジペート)、アルカリ コポリ (5 -  
 スルホ - イソフタロイル) - コポリ (ヘキシレン - アジペート)、アルカリ コポリ (5  
 - スルホ - イソフタロイル) - コポリ (オクチレン - アジペート)、アルカリ コポリ (5  
 - スルホイソフタロイル) - コポリ (エチレン - サクシネート)、アルカリ コポリ (10  
 5 - スルホイソフタロイル) - コポリ (プロピレン - サクシネート)、アルカリ コポリ  
 (5 - スルホイソフタロイル) - コポリ (ブチレン - サクシネート)、アルカリ コポリ  
 (5 - スルホイソフタロイル) - コポリ (ペンチレン - サクシネート)、アルカリ コポ  
 リ (5 - スルホイソフタロイル) - コポリ (ヘキシレン - サクシネート)、アルカリ コ  
 ポリ (5 - スルホイソフタロイル) - コポリ (オクチレン - サクシネート)、アルカリ  
 コポリ (5 - スルホ - イソフタロイル) - コポリ (エチレン - セバケート)、アルカリ  
 コポリ (5 - スルホ - イソフタロイル) - コポリ (プロピレン - セバケート)、アルカリ  
 コポリ (5 - スルホ - イソフタロイル) - コポリ (ブチレン - セバケート)、アルカリ  
 コポリ (5 - スルホ - イソフタロイル) - コポリ (ペンチレン - セバケート)、アルカ  
 リ コポリ (5 - スルホ - イソフタロイル) - コポリ (ヘキシレン - セバケート)、アル 20  
 カリ コポリ (5 - スルホ - イソフタロイル) - コポリ (オクチレン - セバケート)、アル  
 カリ コポリ (5 - スルホ - イソフタロイル) - コポリ (エチレン - アジペート)、アル  
 カリ コポリ (5 - スルホ - イソフタロイル) - コポリ (プロピレン - アジペート)、  
 アルカリ コポリ (5 - スルホ - イソフタロイル) - コポリ (ブチレン - アジペート)、  
 アルカリ コポリ (5 - スルホ - イソフタロイル) - コポリ (ペンチレン - アジペート)  
 、アルカリ コポリ (5 - スルホ - イソフタロイル) - コポリ (ヘキシレン - アジペート  
 ノニレン - デカノエート)、ポリ (オクチレン - アジペート) などが挙げられ、ここで、  
 アルカリは、ナトリウム、リチウムまたはカリウムのような金属である。ポリアミドの例  
 としては、ポリ (エチレン - アジパミド)、ポリ (プロピレン - アジパミド)、ポリ (ブ  
 チレン - アジパミド)、ポリ (ペンチレン - アジパミド)、ポリ (ヘキシレン - アジパミ 30  
 ド)、ポリ (オクチレン - アジパミド)、ポリ (エチレン - スクシンイミド)、およびポ  
 リ (プロピレン - セバカミド) が挙げられる。ポリイミドの例としては、ポリ (エチレン  
 - アジピミド)、ポリ (プロピレン - アジピミド)、ポリ (ブチレン - アジピミド)、ポ  
 リ (ペンチレン - アジピミド)、ポリ (ヘキシレン - アジピミド)、ポリ (オクチレン -  
 アジピミド)、ポリ (エチレン - スクシンイミド)、ポリ (プロピレン - スクシンイミド  
 )、およびポリ (ブチレン - スクシンイミド) が挙げられる。

#### 【0050】

結晶性樹脂は、例えば、トナー要素の約 1 ~ 約 85 重量%、いくつかの実施形態では、  
 約 2 ~ 約 50 重量%、いくつかの実施形態では、約 5 ~ 約 15 重量%の量で存在してい  
 てもよい。結晶性樹脂は、種々の融点、例えば、約 30 ~ 約 120、いくつかの実施形 40  
 態では、約 50 ~ 約 90、いくつかの実施形態では、約 60 ~ 約 80 を有してい  
 てもよい。

#### 【0051】

結晶性樹脂は、数平均分子量 ( $M_n$ ) が、例えば、約 1,000 ~ 約 50,000、い  
 いくつかの実施形態では、約 2,000 ~ 約 25,000 であってもよく、MW が、例えば  
 、約 2,000 ~ 約 100,000、いくつかの実施形態では、約 3,000 ~ 約 80,000  
 であってもよい。結晶性樹脂の分子量分布 ( $M_w / M_n$  または  $PD$ ) は、例えば、  
 約 2 ~ 約 6、いくつかの実施形態では、約 3 ~ 約 4 であってもよい。

#### 【0052】

いくつかの実施形態では、非ポリエステル樹脂をラテックスに使用してもよい。非ポリ 50

エステルトナーラテックス樹脂またはポリマーの適切な例としては、架橋していない樹脂および架橋した樹脂またはゲルの組み合わせが挙げられ、限定されないが、スチレンアクリレート、スチレンメタクリレート、ブタジエン、イソブレン、アクリロニトリル、アクリル酸、メタクリル酸、 $\alpha$ -カルボキシアクリル酸エチル、ポリエステル、ポリマー、例えば、ポリ(スチレン-ブタジエン)、ポリ(メチルスチレン-ブタジエン)、ポリ(メタクリル酸メチル-ブタジエン)、ポリ(メタクリル酸エチル-ブタジエン)、ポリ(メタクリル酸プロピル-ブタジエン)、ポリ(メタクリル酸ブチル-ブタジエン)、ポリ(アクリル酸メチル-ブタジエン)、ポリ(アクリル酸エチル-ブタジエン)、ポリ(アクリル酸プロピル-ブタジエン)、ポリ(アクリル酸ブチル-ブタジエン)、ポリ(スチレン-イソブレン)、ポリ(メチルスチレン-イソブレン)、ポリ(メタクリル酸メチル-イソブレン)、ポリ(メタクリル酸エチル-イソブレン)、ポリ(メタクリル酸プロピル-イソブレン)、ポリ(メタクリル酸ブチル-イソブレン)、ポリ(アクリル酸メチル-イソブレン)、ポリ(アクリル酸エチル-イソブレン)、ポリ(アクリル酸プロピル-イソブレン)、ポリ(アクリル酸ブチル-イソブレン)；ポリ(スチレン-アクリル酸プロピル)、ポリ(スチレン-アクリル酸ブチル)、ポリ(スチレン-ブタジエン-アクリル酸)、ポリ(スチレン-ブタジエン-メタクリル酸)、ポリ(スチレン-アクリル酸ブチル-アクリル酸)、ポリ(スチレン-アクリル酸ブチル-メタクリル酸)、ポリ(スチレン-アクリル酸ブチル-アクリロニトリル)、ポリ(スチレン-アクリル酸ブチル-アクリロニトリル-アクリル酸)などが挙げられる。ある実施形態では、樹脂またはポリマーは、スチレン/アクリル酸ブチル/カルボン酸ターポリマーである。ある実施形態では、少なくとも1種類の樹脂は、架橋する樹脂を実質的に含まず、架橋した樹脂は、架橋する樹脂または架橋した樹脂を実質的に含まない樹脂の合計重量を基準として、カルボン酸を約0.05~約10重量%の量で含む。

10

20

30

40

50

#### 【0053】

ある実施形態では、トナー粒子を作成するときに用いられる樹脂は、1種類の樹脂、または2種類以上の樹脂の混合物または組み合わせであってもよい。例えば、1種類の樹脂(架橋していないか、または架橋している)を用い、トナー粒子を作成することができる。または、2種類以上の樹脂の混合物を用いてトナー粒子を作成することができ、これをトナー粒子作成プロセス中に、一緒に、または別個に、同時に、または同時ではなく、加える。ある実施形態では、使用される樹脂は、2種類の樹脂を含み、片方は、架橋しておらず、他方は、架橋している。

#### 【0054】

いくつかの実施形態では、架橋する(本明細書では、架橋していない樹脂とも呼ばれる)樹脂を実質的に含まない樹脂は、約0.1%未満の架橋を含む樹脂を含む。

#### 【0055】

乳化重合開始剤としては、限定されないが、過硫酸ナトリウム、過硫酸カリウムまたは過硫酸アンモニウムを挙げることができ、モノマー重量を基準として、例えば、約0.5~約3.0%の範囲で存在していてもよいが、限定されない。CTAは、モノマーを合わせた重量を基準として約0.5~約5.0重量%の量で存在していてもよいが、これに限定されない。ある実施形態では、界面活性剤は、水相の重量を基準として約0.7~約5.0重量%の量で存在するアニオン性界面活性剤を含んでいてもよいが、この種類または範囲に限定されない。

#### 【0056】

一例として、供給量を抑えた(starve-feed)条件でモノマーを重合させ、直径が約100~約300ナノメートルの範囲のラテックス樹脂粒子を与えてもよい。ある実施形態では、架橋していないラテックス樹脂の分子量は、約30,000~約37,000、または約34,000までの範囲であってもよいが、この範囲に限定されない。

#### 【0057】

ある実施形態では、架橋していない樹脂のガラス転移開始温度(T<sub>g</sub>)は、約46~約62の範囲、または約58であってもよいが、このように限定されない。ある実施

形態では、アクリレート系モノマーの量は樹脂モノマーの約 0.04 ~ 約 4.0 p p b の範囲であってもよいが、このように限定されない。ある実施形態では、数平均分子量 (M<sub>n</sub>) は、約 5000 ~ 約 20,000 の範囲、または約 11,000 ダルトンであってもよい。ある実施形態では、調製された架橋していないラテックス樹脂は、pH が約 1.0 ~ 約 4.0、または約 2.0 である。

#### 【0058】

ある実施形態では、界面活性剤は、任意の界面活性剤であってもよく、例えば、非イオン性界面活性剤またはアニオン性界面活性剤、例えば、限定されないが、Neogen RK または Dowfax (両方とも市販されている) が挙げられる。ある実施形態では、pH は、約 1.5 ~ 約 3.0、または約 1.8 の範囲であってもよい。

10

#### 【0059】

ある実施形態では、ラテックス粒径は、例えば、体積平均径が、例えば、Brookhaven ナノサイズ粒子分析機によって測定する場合、約 0.05 ミクロン ~ 約 1 ミクロンであってもよい。ある実施形態では、ラテックス粒子の他の粒径および有効な量が選択されてもよい。

#### 【0060】

トナー粒子を作成するために選択されるラテックス樹脂を、例えば、乳化重合方法によって調製してもよく、このようなプロセスで利用されるモノマーは、上に列挙したモノマー、例えば、スチレン、アクリレート、メタクリレート、ブタジエン、イソブレン、アクリロニトリル、アクリル酸およびメタクリル酸、および CEA を含んでもよい。有効な量 (例えば、約 0.1 ~ 約 10 %) の既知の連鎖移動剤 (例えば、ドデカンチオール) および / または約 0.1 ~ 約 10 % の有効な量の四臭化炭素も使用し、重合中の樹脂の分子量を制御してもよい。

20

#### 【0061】

例えば、約 0.05 ミクロン ~ 約 1 ミクロンの樹脂粒子を得るための他のプロセスが、ポリマー微細懸濁プロセス、ポリマー溶液微細懸濁プロセス、機械的な研磨またはミルによる粉砕プロセス、または他の既知のプロセスから選択可能である。

#### 【0062】

いくつかの実施形態では、樹脂は、架橋した樹脂または架橋可能な樹脂であってもよい。架橋を促す適切な樹脂は、反応性基 (例えば、C=C 結合) を有するもの、またはペンダント基または側鎖 (例えば、カルボン酸基) を有するものである。樹脂を、例えば、開始剤を用いた遊離ラジカル重合によって架橋させることができる。使用する開始剤の量は、架橋度に比例し、したがって、ポリエステル材料のゲル含有量に比例する。使用する開始剤の量は、例えば、ポリエステル樹脂の約 0.01 ~ 約 10 重量%、約 0.1 ~ 約 5 重量% の範囲であってもよい。架橋において、実質的にすべての開始剤が消費されることが望ましい。架橋は、高温で行われてもよく、したがって、反応は、非常に迅速であってもよい (例えば、滞留時間が 10 分未満、例えば、約 20 秒 ~ 約 2 分)。次いで、ポリマー試薬を、例えば、トナー粒子を製造するのに適切な他の試薬 (例えば、着色剤および / またはワックス) とともに組み込み、トナー粒子を製造する既知の様式で処理することができる。

30

40

#### 【0063】

ある実施形態では、トナー組成物は、ワックスを含んでもよい。本発明のトナー組成物に適切なワックスとしては、限定されないが、アルキレンワックス、例えば、約 1 ~ 約 25 個の炭素原子を含むアルキレンワックス、ポリエチレン、ポリプロピレンまたはこれらの混合物が挙げられる。ワックスは、例えば、組成物の合計重量を基準として約 6 重量% ~ 約 15 重量% の量で存在する。ある実施形態では、ワックスは、粒子の直径が約 100 ナノメートル ~ 約 500 ナノメートルのワックスと、水と、アニオン性界面活性剤とを含む分散物の形態でワックスを含む。いくつかの実施形態では、ワックスは、例えば、約 6 ~ 約 15 重量% の量で含まれる。

#### 【0064】

50

いくつかの実施形態では、本明細書に開示する方法は、着色剤を含む凝集混合物を含んでいてもよい。いくつかのこのような実施形態では、着色剤は、過剰に顔料を含む状態でトナー粒子を与える量で存在していてもよい。本明細書で使用する場合、「過剰に顔料を含む」は、単位面積あたりのトナー質量（TMA）が小さく、顔料保持量が高いトナーを意味し、例えば、このようなトナーは、顔料保持量が、過剰に顔料を含まないトナー（例えば、カーボンブラック顔料保持量が6%以下のトナー）と比較して、少なくとも約25%、少なくとも約35%、少なくとも約45%、少なくとも約55%多いか、またはそれより多くてもよい。いくつかの実施形態では、過剰に顔料を含むトナーは、本明細書で使用する場合、任意の新しい配合物であり、顔料の量は、コントロールまたは既知のトナーにみられる量の少なくとも約1.2倍、いくつかの実施形態では、コントロールまたは既知の配合物にみられる量の少なくとも約1.3倍、少なくとも約1.4倍、少なくとも約1.5倍であるか、またはそれより多い。いくつかの実施形態では、過剰に顔料を含むとは、トナー粒子の乾燥重量合計の約7%より多く、約8%より多く、約9%より多い顔料を含む。

10

20

30

40

50

#### 【0065】

ある実施形態では、着色剤が超微細トナー（すなわち、約3.8ミクロンのトナー粒子）に配置されていてもよい。

#### 【0066】

着色剤（例えば、ファーンエスカーボンブラック、シアン、マゼンタおよび/またはイエローの着色剤）を、トナーに望ましい色を付与するのに十分な量で組み込んでもよい。一般的に、顔料または染料を、固形分基準でトナー粒子の約2%～約50重量%、約5%～約40重量%、約7%～約30重量%の範囲で使用してもよい。

#### 【0067】

ある実施形態では、本明細書に開示するトナー粒子が界面活性剤存在下で作られてもよい。例えば、界面活性剤は、反応混合物の約0.01～約20重量%、または約0.1～約15重量%の範囲で存在していてもよい。ある実施形態では、pHを調節するために、酸が界面活性剤と組み合わせて利用されてもよい。酸としては、例えば、硝酸、硫酸、塩酸、酢酸、クエン酸、トリフルオロ酢酸、コハク酸、サリチル酸などを挙げることができ、酸は、いくつかの実施形態では、水の約0.5～約10重量%、または水の約0.7～約5重量%の範囲の希釈した形態で利用される。

#### 【0068】

トナーは、任意の既知の電荷添加剤をトナーの約0.1～約10重量%、いくつかの実施形態では、トナーの約0.5～約7重量%の量で含んでいてもよい。このような電荷添加剤の例としては、アルキルピリジニウムハロゲン化物、硫酸水素塩、電荷制御添加剤、負電荷を高める添加剤、例えば、アルミニウム錯体などが挙げられる。このような電荷を高める分子は、約0.1～約10重量%、約1～約3重量%の量で存在していてもよい。

#### 【0069】

トナーと組み合わせてもよい他の添加剤としては、トナー組成物の特性を高める任意の添加剤が挙げられる。表面添加剤、色向上剤などが含まれる。洗浄または乾燥の後にトナー組成物に加えてもよい表面添加剤としては、例えば、金属塩、脂肪酸金属塩、コロイド状シリカ、金属酸化物、チタン酸ストロンチウム、これらの組み合わせなどがあげられ、添加剤は、それぞれ、通常は、いくつかの実施形態では、トナーの約0.1～約10重量%の量で存在する。他の添加剤としては、ステアリン酸亜鉛およびDegussaから入手可能なAEROSIL R972（登録商標）が挙げられる。コーティングされたシリカは、例えば、トナーの約0.05～約5重量%、いくつかの実施形態では、トナーの約0.1～約2重量%の量になるように選択されてもよい。凝集中にこれらの添加剤を加えてもよく、または、生成したトナー生成物にブレンドしてもよい。

#### 【0070】

本開示のラテックスを利用して製造されるトナー粒子は、粒径が約1ミクロン～約20ミクロン、いくつかの実施形態では、約2ミクロン～約15ミクロン、いくつかの実施形

態では、約 3 ミクロン～約 7 ミクロンであってもよい。本開示のトナー粒子は、真円度が約 0.9～約 0.99、いくつかの実施形態では、約 0.92～約 0.98、または約 0.97 であってもよい。

#### 【実施例】

##### 【0071】

この実施例は、サイクル時間およびトナー粒子の特性に対する温度および加熱方法（ジャケット制御対カスケード制御）の効果を示す。

##### 【0072】

一般的な手順：反応器に、脱イオン水、コアポリエステルラテックス樹脂、顔料、ワックスおよびフロック形成剤を入れた。0.3 M  $\text{HNO}_3$  を加えて pH を 4.20 に下げることによってバッチを開始させ、混合物を均質化した。均質化の後、混合物を約 48 まで加熱し、 $D_{50}$  の目標を約 4.8～約 5.0 ミクロンとし、凝集を開始した。 $D_{50}$  の目標を 5.8～約 6.0 ミクロンとしてシェラテックスを加えた。水酸化ナトリウムおよびキレート化剤を加えて反応を止めた。次いで、直接的なジャケット制御による加熱によって、温度を目標融着温度に調節した。真円度約 0.970 を達成するまで融着を続けた。

##### 【0073】

85 で比較例を行い、黒色 EA トナー粒子について、20 ガロンスケールで、75 で実施した。ジャケット制御による加熱によってデータを得た。真円度の時間（すなわち、融着時間）、粒度分布（ $D_{84}/50$ ）および平均真円度を表 1 にまとめている。それぞれの項目は、少なくとも 3 つのデータ点の平均をあらわす。

##### 【表 1】

温度 (°C)	真円度の時間 (分)	$D_{84}/50$	平均真円度
85	90	1.201	0.971
75	120	1.2	0.970

##### 【0074】

パイロットスケールで、同じか、または短い全体的なサイクル時間（すなわち、温度上昇時間と融着時間を足したもの）で、低い温度で望ましい真円度を達成することができたことが観察された。したがって、低い温度での全体的なサイクル時間の時間の差は、低い目標温度（75）を達成するための上昇時間が短いことによる利点であると思われる。

##### 【0075】

典型的なプロセスでは、82～85 に達するように、カスケード制御による加熱を用いてもよい。この種の制御は、全体的なバッチ温度に反応し、バッチ温度に迅速に到達させるために、加熱するジャケットが高温（105 を超える場合さえある）から顕著に変動する。パイロットスケールでの操作について、図 2 のプロットにグラフとして示されている。全体的な温度を 75 まで下げることによって、また、温度上昇中に 85 にジャケットを維持することによってジャケット制御による加熱を使用し、次いで、バッチ温度が目標温度である 75 に達した後はジャケット温度を 75 に下げることによって、一定の温度プロファイルが達成された。

##### 【0076】

カスケード制御の代わりにジャケット制御による加熱を使用すると、以下の表 2 に示されるように、生成する全体的な粗粒子も減少した。表 2 に示されるように、一連の融着操作にわたって、ジャケット制御によるバッチは、粗粒子の生成を示さず、一方、カスケー

ドによるバッチは、D 8 4 / 5 0 比の増加によって示されるように、制御できない粗粒子の生成によって停止しなければならなかった。

【表 2】

時間	D 8 4 / 5 0	
	カスケード制御	ジャケット制御
0 分	1 . 1 8 4	1 . 2 0 7
3 0 分	1 . 1 8 8	1 . 2 0 1
6 0 分	1 . 2 6 8	1 . 2 0 5
9 0 分	1 . 4 0 3	1 . 1 9 8

10

【 0 0 7 7 】

20

さらに、低い融着温度を、ジャケット制御による加熱と組み合わせると、黒色トナーの場合に誘電損失特徴が向上した。表 3 は、7 5 でのカスケード制御と比較して、ジャケット温度を制御すると、過剰に顔料を含むトナー粒子における誘電損失の向上を示す。



【表 3】

粒子バッチ	加熱制御 方法	E'' * 1 0 0 0 (損失)
1	カスケード	9 7
2	カスケード	7 8
3	カスケード	6 5
4	カスケード	7 4
5	ジャケット	4 6
6	ジャケット	4 6
7	ジャケット	5 1

10

20

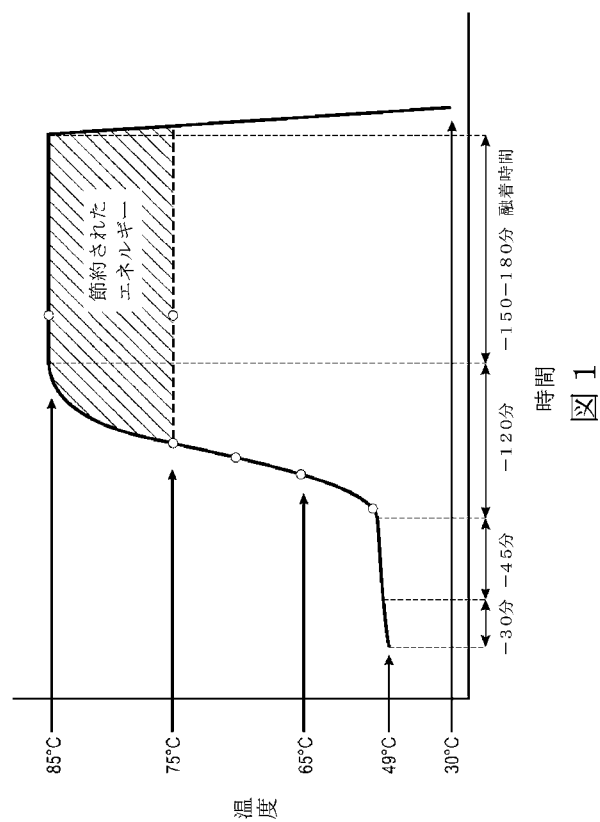
30

40

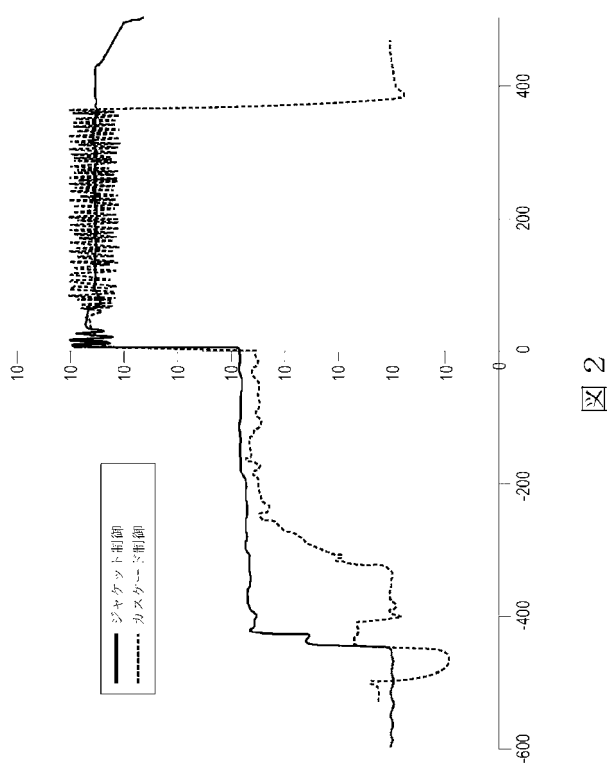
【0 0 7 8】

一般的に、E'' \* 1 0 0 0 値が 6 5 より小さいことが、良好なトナー性能には望ましい。表 3 は、ジャケット制御で操作したパイロットスケールのトナーが、この限界を顕著に下回っており、一方、カスケードによって制御されたバッチは、もっと高い誘電損失を示したことを示す。

【図 1】



【図 2】



## フロントページの続き

- (72)発明者 アブディサムド・シーク - カシム  
カナダ国 オンタリオ州 エム9アール 1ティー1 エトピコ ディクソン・ロード 340  
アパートメント 2315
- (72)発明者 ランディ・フィーヴ・ティン  
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14580 ウェブスター サミットビル・ドライブ 100  
5
- (72)発明者 クリストファー・ミカエル・ウォルフ  
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14622 ロチェスター ベイ・ショア・ブルバード 2  
195
- (72)発明者 リチャード・フィリップ・ネルソン・ヴェアジン  
カナダ国 オンタリオ州 エル5エル 5ティー6 ミシサガ ドヴァー・クレセント 3218
- (72)発明者 マーク・エリオット  
カナダ国 エル7エム 0ジー5 バーリントン ファーガソン・ドライブ 3037
- (72)発明者 メラニー・デイヴィス  
カナダ国 オンタリオ州 エル8エル 3ワイ5 ハミルトン ウッド・ストリート・イースト  
73
- (72)発明者 クォン・フォン  
カナダ国 オンタリオ州 エル9シー 3エイチ5 ハミルトン アマンダ・ストリート 45
- (72)発明者 シガン・スティーヴン・チウ  
カナダ国 オンタリオ州 エム9ビー 3ジェー6 トロント デカリ・サークル 29-95
- F ターム(参考) 2H500 AA01 AA06 AA08 BA11 BA17 BA31 CA06 EA06A EA12A EA54A  
EA60A