

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6325916号  
(P6325916)

(45) 発行日 平成30年5月16日(2018.5.16)

(24) 登録日 平成30年4月20日(2018.4.20)

(51) Int.Cl. F 1  
**G03G 9/08 (2006.01)**  
 G03G 9/08 381  
 G03G 9/08 372

請求項の数 4 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2014-133052 (P2014-133052)	(73) 特許権者	596170170
(22) 出願日	平成26年6月27日 (2014.6.27)		ゼロックス コーポレイション
(65) 公開番号	特開2015-18235 (P2015-18235A)		XEROX CORPORATION
(43) 公開日	平成27年1月29日 (2015.1.29)		アメリカ合衆国、コネチカット州 068
審査請求日	平成29年6月15日 (2017.6.15)		56、ノーウォーク、ピーオーボックス
(31) 優先権主張番号	13/939, 911		4505、グローバー・アヴェニュー 4
(32) 優先日	平成25年7月11日 (2013.7.11)		5
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100079049
早期審査対象出願			弁理士 中島 淳
		(74) 代理人	100084995
			弁理士 加藤 和詳
		(72) 発明者	スティーブン・エム・マハウスキ
			アメリカ合衆国 ニューヨーク州 144
			45 イースト・ロチェスター ウェスト
			・フィルバート・ストリート 229
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 改良されたトナー粒子処理

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

粒状ポリ(メタクリル酸メチル)をトナー粒子に加え、スラリーを作成することと、  
 前記スラリーを濾過して濾過ケーキを作成することと、  
 前記濾過ケーキを洗浄することと、  
 前記濾過ケーキを乾燥させることと、  
 を含み、  
 前記洗浄する工程及び前記乾燥させる工程の後、前記トナー粒子が、前記トナー粒子に  
 付着した前記粒状ポリ(メタクリル酸メチル)の一部を有する、プロセスであって、  
 前記粒状ポリ(メタクリル酸メチル)は、前記スラリーの固体保持量の0.5重量%の  
 量で存在し、  
 前記粒状ポリ(メタクリル酸メチル)は、平均粒径が0.75ミクロン~1.25ミク  
 ロンの範囲にある、  
 プロセス。

【請求項 2】

前記トナー粒子が、体積メジアン粒径(D<sub>50v</sub>)が3ミクロン~9ミクロンの範囲に  
 ある、請求項1に記載のプロセス。

【請求項 3】

前記トナー粒子が、体積メジアン粒径(D<sub>50v</sub>)が3ミクロン~4ミクロンの範囲に  
 ある、請求項1に記載のプロセス。

**【請求項 4】**

粒状ポリ(メタクリル酸メチル)をトナー粒子に加え、スラリーを作成することと、  
前記スラリーを濾過して濾過ケーキを作成することと、  
前記濾過ケーキを洗浄することと、  
前記トナー粒子を乾燥することと、  
を含み、

前記洗浄する工程および前記乾燥する工程の後、前記トナー粒子が、前記トナー粒子に  
付着した前記粒状ポリ(メタクリル酸メチル)の一部を有する、プロセスであって、  
前記粒状ポリ(メタクリル酸メチル)は、前記スラリーの固体保持量の0.5重量%の  
量で存在し、

10

前記粒状ポリ(メタクリル酸メチル)は、平均粒径が0.75ミクロン~1.25ミク  
ロンの範囲にあり、

前記トナー粒子の体積メジアン粒径( $D_{50v}$ )が3.80ミクロン以下である、  
プロセス。

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

本開示は、トナー粒子を取り扱うためのプロセスに関する。特に、本開示は、下流のト  
ナー添加剤の機能を広げ、トナー粒子の取り扱いプロセスのサイクル時間を改良すること  
に関する。

20

**【背景技術】****【0002】**

化学トナーの製造において、洗浄は、それによってトナー粒子を脱水し、洗浄し、含水  
量および残留界面活性剤および残留イオンの除去を含む最終的な品質仕様を満たす処理工  
程である。例示的な洗浄プロセスでは、フィルタープレス板を、織り合わせた濾過布に対  
して強く加圧し、トナー粒子を含むスラリーを受け入れるような構成の1つ以上のチャン  
バを作成する。スラリーは、チャンバに供給され、濾液として液体を流しつつ、濾過布の  
上に濡れた濾過ケーキを作成する。

**【0003】**

保持されている粒子に洗浄液を通し、次いで、必要な場合、さらなる洗浄のために濾過  
布に洗浄液を通すことによって、同じフィルタープレスの内側で動的洗浄を行うこともで  
きる。次いで、典型的には、水分量の望ましい仕様を満たすために、洗浄したケーキに対  
して風乾を行なう。乾燥したトナー粒子をさらに処理し、典型的には、トナー粒子とブレ  
ンドしたトナー添加剤を含むトナー組成物を製造することができる。これらの添加剤は、  
例えば、流動制御、全体的な電荷およびトナーの他の望ましい特徴を有する種々の特性を  
有するトナー組成物を与えるように設計される。

30

**【0004】**

小さなトナー粒子を用いることの望ましさは、画質が向上し、必要なトナー量が減ること  
であり、潜在的な材料費節約となり得る。しかし、小さなトナー粒子を使用することか  
ら生じる課題は、濾過布が目詰まりしやすいことである。さらに、小さなトナー粒子は、  
濾過および動的洗浄のサイクル時間を長くすることがある。これらの影響は、ケーキの空  
隙率を小さくし、トナー粒子の濾過ケーキおよび濾過布への液体の経路を塞いでしまい、  
最終的に、洗浄効率が低下し、サイクル時間を長くするような小さなトナー粒子に起因す  
る。

40

**【発明の概要】****【課題を解決するための手段】****【0005】**

粒状トナー添加剤をトナー粒子に加え、スラリーを作成することと、スラリーを濾過し  
て濾過ケーキを作成し、このとき、粒状トナー添加剤が、濾過助剤として機能することと  
、濾過ケーキを洗浄し、この洗浄工程の後、トナー粒子は、トナー粒子に付着した粒状ト

50

ナー添加剤の一部を有することと、トナー粒子を、添加剤を用いて解凝集/乾燥させ、この乾燥工程の後、トナー粒子は、トナー粒子に付着した粒状トナー添加剤の一部を有することを含む、プロセス。

【0006】

粒状ポリ(メタクリル酸メチル)をトナー粒子に加え、スラリーを作成することと、スラリーを濾過して濾過ケーキを作成することと、濾過ケーキを洗浄することと、トナー粒子を乾燥させることとを含み、洗浄工程および乾燥工程の後、トナー粒子は、トナー粒子に付着した粒状ポリ(メタクリル酸メチル)の一部を有する、プロセス。

【0007】

粒状ポリ(メタクリル酸メチル)を超微細トナー粒子に加え、スラリーを作成することと、スラリーを濾過して濾過ケーキを作成することと、濾過ケーキを洗浄することと、トナー粒子を乾燥させることとを含み、洗浄工程および乾燥工程の後、超微細トナー粒子は、超微細トナー粒子に付着した粒状ポリ(メタクリル酸メチル)の一部を有する、プロセス。

10

【図面の簡単な説明】

【0008】

【図1】図1は、濾過および動的洗浄のためのスラリー移動時間に及ぼすポリ(メタクリル酸メチル)(PMMA)添加剤混入の影響を示すプロットである。

【図2A】図2Aは、PMMAが混入していない(2A)、およびPMMAが混入した(2B)乾燥したトナー粒子( $D_{50v} = 3.80$ ミクロン)の走査型電子顕微鏡(SEM)画像である。拡大=6000倍。

20

【図2B】図2Bは、PMMAが混入していない(2A)、およびPMMAが混入した(2B)乾燥したトナー粒子( $D_{50v} = 3.80$ ミクロン)の走査型電子顕微鏡(SEM)画像である。拡大=6000倍。

【図3】図3は、PMMAが混入した乾燥したトナー粒子( $D_{50v} = 3.8$ ミクロン)のSEM画像である。拡大=6000倍。

【発明を実施するための形態】

【0009】

本明細書に開示する実施形態は、トナー粒子、特に、濾過および洗浄工程中にトナー粒子の単離を妨害し得る小さなトナー粒子を取り扱うための改良されたプロセスに関する。本明細書に開示する実施形態によれば、濾過および洗浄の前にトナー添加剤を混入することによってトナー粒子の取り扱い性を高めてもよく、トナー添加剤が濾過助剤として作用する。本明細書に開示する実施形態によれば、トナー添加剤は、トナーを調製するとき外部添加剤として下流で通常用いられる任意の添加剤であってもよく、1種類の添加剤(または複数の添加剤)の具体的な選択は、トナー粒子の濾過および洗浄を助ける能力によって決定される。一例として、トナー粒子単離の濾過工程および洗浄工程の間にポリ(メタクリル酸メチル)(PMMA添加剤)を使用することができる。PMMAは、トナー添加剤として使用するとき、濾過工程および洗浄工程が終了した後に、下流にあるブレンダープロセスの間に通常は組み込まれるだろう。

30

【0010】

理論によって束縛されないが、濾過および洗浄の間にトナー添加剤に加えることによって、トナー添加剤の基本的な特性を利用し、トナー粒子間の距離を維持し、改良された流動効率および洗浄効率を与えると考えられる。有利なことに、本明細書で開示する実施形態は、以下のことを与えてもよい。(1)トナー粒子の最初の濾過で、母液除去中の供給時間の低減、例えば、最初の濾過工程は、供給時間を約30%低減してもよい、(2)フィルタープレスを通して再懸濁した材料を圧送するための供給時間の低減、例えば、再懸濁した材料を圧送するための供給時間を約15%低減してもよい、(3)動的洗浄サイクル時間の低減、例えば、動的洗浄時間を約5~約10%低減してもよい。したがって、本明細書に開示するプロセスは、向上した製品品質を与えつつ、最終的なサイクル時間を低減するだろう。

40

50

## 【 0 0 1 1 】

トナー添加剤を上流に配置することによって、プロセスの柔軟性が高まるだろう。フィルタープレス処理および乾燥プロセスの前に、トナースラリーにトナー添加剤を加えることによって、ブレンドプロセスの間にトナー添加剤を導入することと比較して、添加剤の嵌入を増やす手段を与えるだろう。したがって、ある実施形態では、濾過助剤として使用するトナー添加剤は、トナー粒子に付着することによって利点を与え、このようないくつかの実施形態では、トナー粒子にトナー添加剤をこのように付着すると、トナー組成物の製造における下流のブレンドプロセスで達成するよりも良好であろう。理論によって束縛されないが、トナー粒子へのトナー添加剤の付着の改良は、機械的なプレス力におよび/または乾燥システム中で、ブレンドプロセスに似た様式で粒子と粒子の衝突を作り出す乱流エネルギーによるものであろう。

10

## 【 0 0 1 2 】

小さなトナー粒子（約5ミクロン未満）は、濾過プレスによる洗浄で、サイクル時間が長くなり得ることが観察された。また、これも理論によって束縛されないが、母液の濾液除去中に、製造され、その後乾燥される濡れたケーキは、小さな粒径のために密に封入されると仮定する。濡れたトナーケーキの最初の層は、濾過媒体上に生成し、通常の粒径（約5ミクロンより大きい）を使用する同じ洗浄プロセスと比較して、流れをせき止めることによって後の洗浄がもっと困難になる。トナースラリーは、母液除去の間および動的洗浄の間に濾過布を通して供給するのに長い時間がかかることがある。動的洗浄も、通常のトナー粒径を用いるときよりも長い時間がかかることがある。したがって、ある実施形態では、本明細書に開示するプロセスは、小さなトナー粒子を取り扱うときに特に有利であろう。例えば、本明細書に開示するプロセスは、当該技術分野で超微細トナー粒子と考えられてもよい $D_{50}$ が約3.80ミクロン以下のトナー粒子の取り扱い性を高めるだろう。超微細トナー粒子の使用を促進すると、例えば、同じ品質の画像を製造するのに少ないトナー塊を用い、費用低減の利益および材料節約となるだろう。

20

## 【 0 0 1 3 】

本明細書に開示するプロセスは、ふるい分けしたトナー粒子のスラリーにトナー添加剤を混合し、流動性および潤滑性を高め、動的洗浄およびフィルタープレスへのスラリー供給のための空間を与え、濾過のサイクル時間が短いという利点を与え、所望な場合に、洗浄効率を高め、トナー粒子へのトナー添加剤の付着を改良する。

30

## 【 0 0 1 4 】

いくつかの実施形態では、P M M A は、濾過および洗浄でのトナー粒子の流動性および潤滑性のために使用可能なトナー添加剤の一例である。このような例示的な実施形態では、ふるい分けしたトナー粒子のスラリーに約1ミクロンのポリ（メタクリル酸メチル）粒子を加え、この利点を実現することができる。トナー添加剤を含むトナースラリーが、フィルタープレスのプレートチャンバの中に入ると、スペーサーとして機能し、濾過ケーキの空隙率を効率的に高めることができる。この空隙率の増加によって、目標となる固体含有量を達成するように特定の量の水を抜き出すのに必要な望ましい短い脱水時間およびプレス処理時間を与える。さらに、空隙率の増加によって、母液除去中の動的洗浄の水の流速およびスラリーの移動時間が高まるだろう。理論によって束縛されないが、P M M A または他のトナー添加剤は、トナー粒子の表面化学を効率的に変え、トナー添加剤の疎水性に少なくとも部分的に起因し、迅速に洗浄するのに役立つだろう。処理時間の低減は、以下の実施例で、図1のグラフに示されるように示される。

40

## 【 0 0 1 5 】

したがって、ある実施形態では、粒状トナー添加剤をトナー粒子に加え、スラリーを作成することと、スラリーを濾過して濾過ケーキを作成し、このとき、粒状トナー添加剤が、濾過助剤として機能することを含むプロセスが提供され、このプロセスは、さらに、濾過ケーキを洗浄し、この洗浄工程の後、トナー粒子は、トナー粒子に付着した粒状トナー添加剤の一部を有することを含む。本明細書で使用する場合、「濾過ケーキ」は、圧縮し、凝集したトナー粒子を指す。しかし、圧縮-凝集の程度は、個々の粒子の一体性を破

50

壊れない。乾燥すると、例えば、自由に流動する個々の粒子を得ることができる。

【0016】

粒状トナー添加剤の一部は、後の乾燥工程を行った後でさえ、トナー粒子に付着したままである。したがって、本明細書に開示するプロセスは、有利には、下流でブレンドを行なう前でさえ、トナー添加剤を変えたトナー粒子を与える。本明細書で使用する場合、「付着した」は、トナー粒子表面に保持される物理的に衝突したトナー添加剤を指す。このような付着は、トナー粒子の周りに分布した添加剤粒状物の非連続的なコーティングであると思われる。このことは、以下の実施例と組み合わせると与えられるSEM画像からわかるだろう。

【0017】

適切な粒状トナー添加剤は、トナー組成物の調製において、典型的には下流でブレンドする任意の添加剤を含んでいてもよい。このようなトナー添加剤は、典型的には、トナー粒子表面にコーティングされる。ある実施形態では、トナー添加剤は、有機スペーサー粒子、シリカ、チタニア、アルミナ、金属脂肪酸塩、希土類金属酸化物、電荷制御剤、およびこれらの組み合わせからなる群から選択される1種を含む。ある実施形態では、トナー添加剤は、トナー粒子を濾過し、洗浄した後に、通常は下流でトナー粒子に塗布される表面添加剤パッケージ中に存在する1つ以上の添加剤であってもよい。このような添加剤は、トナー粒子の塊に組み込まれるのではなく、トナー粒子の外側表面に付着するように設計されてもよい(が、自由に流動してもよい)。このような添加剤は、優れたトナー流動特性、高いトナー電荷、電荷安定性、濃い画像、および/または低い装置汚染を与えるようにはたらくだろう。

【0018】

ある実施形態では、トナー添加剤は、ヘキサメチルジシラザン(HMDS)で表面処理されたシリカを含む1つ以上のシリカを含んでいてもよい。ある実施形態では、シリカは、ゾルゲルシリカであってもよい。ある実施形態では、トナー添加剤は、ポリジメチルシロキサン(PDMS)シリカを含んでいてもよい。

【0019】

ある実施形態では、本明細書に開示するプロセスで使用するトナー添加剤は、正または負の電荷制御剤を含んでいてもよい。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、アルキルピリジニウム化合物、有機サルフェートおよびスルホネート組成物、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サルフェート、アルミニウム塩、例えば、BONTRON E88(商標)、または亜鉛塩、例えば、E-84(Orient Chemical)、これらの組み合わせなどが挙げられる。

【0020】

ある実施形態では、本明細書に開示するプロセスで使用するトナー添加剤は、有機スペーサー、例えば、ポリメチルメタクリレート(PMMA)を含んでいてもよい。

【0021】

濾過および洗浄中に使用する他のトナー添加剤としては、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を挙げることができる。他のトナー添加剤としては、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)およびコーティングされたシリカが挙げられる。

【0022】

具体的な実施形態では、トナー添加剤は、潤滑性を付与し得る脂肪酸金属塩であってもよい。この目的に適した脂肪酸金属塩としては、限定されないが、ステアリン酸塩、例えば、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸マグネシウムまたはステアリン酸カルシウムを挙げることができる。

【0023】

ある実施形態では、粒状トナー添加剤は、フッ素化ポリマー、ポリ(メタクリル酸メチ

10

20

30

40

50

ル) およびラテックスからなる群から選択される有機ポリマーを含んでいてもよい。

【0024】

ある実施形態では、粒状トナー添加剤は、スラリーの乾燥粒子保持量の約0.50重量%～約10重量%の範囲の量でポリ(メタクリル酸メチル)を含む。ある実施形態では、スラリーに使用する量は、濾過および洗浄の後に、トナー粒子の目的の被覆率を与えるように選択されてもよい。例えば、プロセス終了時に添加剤の約30%がトナー粒子上に残るように特定の添加剤が付着する場合、スラリーに使用するトナー添加剤の量は、トナー粒子の目的のコーティング被覆率を与えるように調節されてもよい。ある実施形態では、濾過および洗浄プロセスの終了時にトナー粒子上のトナー添加剤の被覆率は、トナー粒子の表面積の約0%から、トナー粒子の表面積の約5%までであってもよい。

10

【0025】

このようないくつかの実施形態では、粒状トナー添加剤は、有効直径として測定する場合、約0.10～約1.50ミクロンの範囲の粒径を有していてもよい。ある実施形態では、ポリ(メタクリル酸メチル)がトナー添加剤である場合、粒状PMMAは、平均粒径が約0.15ミクロン～約1.5ミクロンの範囲であってもよい。具体的な実施形態では、PMMAは、平均粒径が約0.75～約1.25ミクロンの範囲であってもよい。

【0026】

ある実施形態では、本明細書に開示するプロセスの洗浄工程は、水、酸溶液、腐食剤溶液または溶媒(限定されないが、メタノール)から選択される洗浄液、または、いくつかの実施形態では、水、酸、腐食剤、イオン含有量が低い水、逆浸透圧水、脱イオン水、界面活性剤を含む低表面張力の水からなる群から選択される洗浄液を用いた1種類以上の動的洗浄を含んでいてもよい。ある実施形態では、望ましいトナー添加剤がトナー粒子に会合したまま保持されつつ、特定の汚染物質を除去するように洗浄を選択してもよい。ある実施形態では、スラリーを再懸濁することによって洗浄工程を行ってもよく、他の実施形態では、スラリーを適切に再懸濁することなく、濾過ケーキに対し、洗浄工程を直接行ってもよい。

20

【0027】

約3～約12、いくつかの実施形態では、約7～約11のpHで洗浄を行ってもよい。約20～約70、いくつかの実施形態では、約35～約50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懸濁す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、pH約4で脱イオン水洗浄液を用いて1回洗浄することによって洗浄し、スラリーのpHを酸で調節した後、場合により、1回以上の脱イオン水洗浄液によって洗浄してもよい。いくつかの実施形態では、粒子を水でほぼ3回洗浄してもよい。

30

【0028】

例えば、いくつかの実施形態では、トナー粒子を40の脱イオン水で洗浄し、濾過し、HNO<sub>3</sub>酸を添加して再懸濁させ、濾過し、新しい脱イオン水で再懸濁させてもよい。濾液の溶液導電性が低い(10マイクロジーメンズ/センチメートル未満)であると測定されるまで洗浄を続けてもよく、このことは、イオン含有量が顕著に低下したことを示し、金属(いくつかの実施形態では、亜鉛)による処理を妨害しないだろう。

40

【0029】

金属イオン溶液を用いたトナー粒子の洗浄は、約20～約50の温度で行われてもよい。金属イオン溶液(いくつかの実施形態では、亜鉛を含む)を約1～約120滴の量でスラリーに滴下する。約1滴/分～約120滴/分、いくつかの実施形態では、約5滴/分～約100滴/分、いくつかの実施形態では、約10滴/分～約60滴/分の速度で金属イオン溶液をスラリーに滴下し、約0.5時間～約1.5時間、いくつかの実施形態では、約0.75時間～約1.25時間、いくつかの実施形態では、約1時間混合する。この混合時間中に、スラリーを約20～約60、他の実施形態では、約30～約55、さらなる実施形態では、約35～約45までわずかに加熱する。粒子同士が凝集することなく、制御された様式でトナー表面に亜鉛が接続する。

50

## 【0030】

いくつかの実施形態では、次いで、粒子に対し、帯電特徴を高めるために、溶液中に金属を含む、さらなる洗浄工程を行ってもよい。トナー粒子表面にある特定の金属に由来する帯電剤（いくつかの実施形態では、サリチル酸亜鉛または他の同様の薬剤）の量を増やすと、トナー粒子の帯電が増えるだろう。したがって、本開示によれば、このような金属を含む洗浄工程によって、トナー粒子の帯電は増えるだろう。

## 【0031】

具体的な実施形態では、粒状ポリ（メタクリル酸メチル）をトナー粒子に加え、スラリーを作成することと、スラリーを濾過して濾過ケーキを作成することと、濾過ケーキを洗浄し、この洗浄工程の後、トナー粒子が、トナー粒子に付着した粒状トナー添加剤の一部を有するプロセスを提供する。乾燥させた後に、改質したトナー粒子を回収した後であっても、粒状ポリ（メタクリル酸メチル）の一部が、トナー粒子に付着したままである。このようないくつかの実施形態では、粒状ポリ（メタクリル酸メチル）は、スラリーの固体保持量の約0.50重量%～約10重量%の量で存在していてもよい。ある実施形態では、粒状ポリ（メタクリル酸メチル）は、平均粒径が約0.15ミクロン～約1.5ミクロンの範囲にある。このようないくつかの実施形態では、トナー粒子は、体積メジアン粒径（ $D_{50v}$ ）が約3ミクロン～約8ミクロンの範囲にあってもよい。ある実施形態では、トナー粒子は、体積メジアン粒径が約3～約4ミクロンの範囲である。

## 【0032】

ある実施形態では、粒状ポリ（メタクリル酸メチル）を超微細トナー粒子に加え、スラリーを作成することと、スラリーを濾過して濾過ケーキを作成することと、濾過ケーキを洗浄し、洗浄工程の後に、超微細トナー粒子が、超微細トナー粒子に付着した粒状ポリ（メタクリル酸メチル）の一部を有する、プロセスを提供する。このようないくつかの実施形態では、粒状ポリ（メタクリル酸メチル）は、スラリーの固体保持量の約0.50%～約10重量%の範囲の量で存在する。このようないくつかの実施形態では、粒状ポリ（メタクリル酸メチル）は、平均粒径が約0.15ミクロン～約1.5ミクロンの範囲にある。ある実施形態では、超微細トナー粒子は、体積メジアン粒径が約3～約4ミクロンの範囲である。

## 【0033】

ある実施形態では、トナー粒子は、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、アクリル酸、メタクリル酸、アクリロニトリル、ポリエステル、およびこれらの組み合わせからなる群から選択される少なくとも1つの樹脂を含んでもよい。トナー粒子の製造に使用する任意の適切な樹脂を使用してもよい。樹脂組成物は、1種類以上の樹脂、例えば、2種類以上の樹脂を含んでもよい。樹脂組成物中の樹脂の合計量は、樹脂組成物の約1重量%～99重量%、例えば、約10重量%～約95重量%、または約20重量%～90重量%であってもよい。

## 【0034】

本明細書で開示するようにトナー粒子として使用する樹脂は、乳化凝集（EA）トナーを作成するときに利用される任意のラテックス樹脂であってもよい。また、このような樹脂は、任意の適切なモノマーから作られてもよい。使用される任意のモノマーは、使用する具体的なポリマーに依存して選択されてもよい。主な2種類のトナーを作成するEA方法が知られている。第1の方法は、アクリレート系（例えば、スチレンアクリレート）トナー粒子を生成するEAプロセスである。例えば、このようなプロセスの一実施例として、参照することでその全体が本明細書に組み込まれる米国特許第6,120,967号を参照されたい。第2の方法は、ポリエステル（例えば、スルホン酸化ポリエステル）を生成するEAプロセスである。例えば、このようなプロセスの一実施例として、参照することでその全体が本明細書に組み込まれる米国特許第5,916,725を参照されたい。

## 【0035】

トナー粒子のためのラテックス樹脂またはポリマーの具体例としては、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

10

20

30

40

50

ニトリル、アクリル酸、メタクリル酸、 $\alpha$ -カルボキシエチルアクリレート、ポリエステル、既知のポリマー、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、およびこれらの混合物が挙げられる。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ってもよい。架橋しつつある樹脂および架橋した樹脂を実質的に含まない樹脂の少なくとも1つは、架橋しつつある樹脂および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、約0.05~約10重量%の量でカルボン酸を含んでいてもよい。

10

20

## 【0036】

選択したポリマーを入手するために用いられるモノマーは限定されず、利用されるモノマーとしては、例えば、スチレン、アクリレート、例えば、メタクリレート、ブチルアクリレート、 $\alpha$ -カルボキシアクリル酸エチル( $\alpha$ -CEA)など、ブタジエン、イソブレン、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、アクリロニトリル、ベンゼン、例えば、ジビニルベンゼンなどのうち、任意の1つ以上を挙げることができる。既知の連鎖移動剤(例えば、ドデカンチオールまたは四臭化炭素)を利用し、ポリマーの分子量特性を制御することができる。このモノマーからラテックスポリマーを作成するための任意の適切な方法を制限なく使用してもよい。

## 【0037】

ある実施形態では、トナー粒子は、ポリエステル樹脂、例えば、アモルファスポリエステル樹脂、結晶性ポリエステル樹脂、および/またはこれらの組み合わせを含んでいてもよい。適切な樹脂は、アモルファスポリエステル樹脂および結晶性ポリエステルの混合物も含む。

30

## 【0038】

樹脂は、任意要素の触媒存在下、ジオールと二酸と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。結晶性ポリエステルを作るために、適切な有機ジオールとしては、約2~約36個の炭素原子を含む脂肪族ジオール、例えば、1,2-エタンジオール、1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサジオール、1,7-ヘプタンジオール、1,8-オクタンジオール、1,9-ノナンジオール、1,10-デカンジオール、1,12-ドデカンジオールなど、アルカリスルホ脂肪族ジオール、例えば、ソジオ2-スルホ-1,2-エタンジオール、リチオ2-スルホ-1,2-エタンジオール、ポタシオ2-スルホ-1,2-エタンジオール、ソジオ2-スルホ-1,3-プロパンジオール、リチオ2-スルホ-1,3-プロパンジオール、ポタシオ2-スルホ-1,3-プロパンジオール、これらの混合物などが挙げられる。脂肪族ジオールは、例えば、樹脂の約40~約60モル%、例えば、約42~約55モル%、または約45~約53モル%の量になるように選択されてもよい(これらの範囲からはずれた量を使用してもよい)、アルカリスルホ脂肪族ジオールは、樹脂の約0~約10モル%、例えば、約1~約4モル%の量になるように選択されてもよい(これらの範囲からはずれた量を使用してもよい)。

40

50

## 【 0 0 3 9 】

結晶性樹脂を調製するために選択される有機二酸とジエステル（ビニル二酸またはビニルジエステルを含む）の例としては、シュウ酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、フマル酸、フマル酸ジメチル、イタコン酸ジメチル、*c i s* , 1 , 4 - ジアセトキシ - 2 - ブテン、フマル酸ジエチル、マレイン酸ジエチル、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、ナフタレン - 2 , 6 - ジカルボン酸、ナフタレン - 2 , 7 - ジカルボン酸、シクロヘキサジカルボン酸、マロン酸およびメサコン酸、これらのジエステルまたは酸無水物、アルカリスルホ有機二酸、例えば、ジメチル - 5 - スルホ - イソフタレート、ジアルキル - 5 - スルホ - イソフタレート - 4 - スルホ - 1 , 8 - ナフタル酸無水物、4 - スルホ - フタル酸、ジメチル - 4 - スルホ - フタレート、ジアルキル - 4 - スルホ - フタレート、4 - スルホフェニル - 3 , 5 - ジカルボメトキシベンゼン、6 - スルホ - 2 - ナフチル - 3 , 5 - ジカルボメトキシベンゼン、スルホ - テレフタル酸、ジメチル - スルホ - テレフタレート、5 - スルホ - イソフタル酸、ジアルキル - スルホテレフタレート、スルホエタンジオール、2 - スルホプロパンジオール、2 - スルホブタンジオール、3 - スルホペンタンジオール、2 - スルホヘキサジオール、3 - スルホ - 2 - メチルペンタンジオール、2 - スルホ - 3 , 3 - ジメチルペンタンジオール、スルホ - *p* - ヒドロキシ安息香酸、*N* , *N* - ビス ( 2 - ヒドロキシエチル ) - 2 - アミノエタンスルホネートのナトリウム塩、リチウム塩またはカリウム塩、またはこれらの混合物が挙げられる。有機二酸は、例えば、樹脂の約 4 0 ~ 約 6 0 モル %、いくつかの実施形態では、約 4 2 ~ 約 5 2 モル %、例えば、約 4 5 ~ 約 5 0 モル % の量になるように選択されてもよい（が、これらの範囲からはずれた量を使用してもよい）、アルカリスルホ脂肪族二酸は、樹脂の約 1 ~ 約 1 0 モル % の量になるように選択されてもよい（が、これらの範囲からはずれた量を使用してもよい）。

10

20

## 【 0 0 4 0 】

結晶性樹脂の例としては、ポリエステル、ポリアミド、ポリイミド、ポリオレフィン、ポリエチレン、ポリブチレン、ポリイソブチレート、エチレン - プロピレンコポリマー、エチレン - 酢酸ビニルコポリマー、ポリプロピレン、これらの混合物などが挙げられる。具体的な結晶性樹脂は、ポリエステル系であってもよく、例えば、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）、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 - 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

30

40

50

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 (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)、ポリ (オクチレン - アジペート) であってもよく、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 20  
 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 - アジパミド)、ポリ (オクチレン - アジパミド)、ポリ (エチレン - スクシンアミド)、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)、ポリ (ブチレン - スクシンイミド) が挙げられる。

#### 【0041】

結晶性樹脂は、例えば、トナー成分の約 5 ~ 約 50 重量%、例えば、約 10 ~ 約 35 重量%の量で存在していてもよい (これらの範囲からはずれた量を使用してもよい)。結晶性樹脂は、種々の融点を有していてもよく、例えば、約 30 ~ 約 120、いくつかの実施形態では、約 50 ~ 約 90 であってもよい (これらの範囲からはずれた融点を使用してもよい)。結晶性樹脂は、数平均分子量 ( $M_n$ ) が、ゲル透過クロマトグラフィー (GPC) で測定した場合、例えば、約 1,000 ~ 約 50,000、例えば、約 2,000 ~ 約 25,000 であってもよい (が、これらの範囲からはずれた数平均分子量を得ることができる)、重量平均分子量 ( $M_w$ ) が、ポリスチレン標準を用いたゲル透過クロマトグラフィーによって決定した場合、例えば、約 2,000 ~ 約 100,000、例えば、約 3,000 ~ 約 80,000 であってもよい (が、これらの範囲からはずれた重量平均分子量を得ることができる)。結晶性樹脂の分子量分布 ( $M_w/M_n$ ) は、例えば、約 2 ~ 約 6、いくつかの実施形態では、約 3 ~ 約 4 である (が、これらの範囲からはずれた分子量分布を得ることができる)。

#### 【0042】

アモルファスポリエステルを調製するために選択される有機二酸とジエステル (ビニル二酸またはビニルジエステルを含む) の例としては、ジカルボン酸またはジエステル、例えば、テレフタル酸、フタル酸、イソフタル酸、フマル酸、フマル酸ジメチル、イタコン酸ジメチル、cis, 1, 4 - ジアセトキシ - 2 - プテン、フマル酸ジエチル、マレイン酸ジエチル、マレイン酸、コハク酸、イタコン酸、コハク酸、無水コハク酸、ドデシルコハク酸、無水ドデシルコハク酸、グルタル酸、無水グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、ドデカン二酸、テレフタル酸ジメチル、テレフタル酸ジエ 50

チル、イソフタル酸ジメチル、イソフタル酸ジエチル、フタル酸ジメチル、無水フタル酸、フタル酸ジエチル、コハク酸ジメチル、フマル酸ジメチル、マレイン酸ジメチル、グルタル酸ジメチル、アジピン酸ジメチル、ドデシルコハク酸ジメチル、およびこれらの組み合わせを挙げることができる。有機二酸またはジエステルは、例えば、樹脂の約40～約60モル%、例えば、約42～約52モル%、または約45～約50モル%の量で存在していてもよい（が、これらの範囲からはずれた量を使用してもよい）。

#### 【0043】

アモルファスポリエステルを作成するとき使用可能なジオールの例としては、1,2-プロパンジオール、1,3-プロパンジオール、1,2-ブタンジオール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、ペンタンジオール、ヘキサジオール、2,2-ジメチルプロパンジオール、2,2,3-トリメチルヘキサジオール、ヘプタンジオール、ドデカンジオール、ビス(ヒドロキシエチル)-ビスフェノールA、ビス(2-ヒドロキシプロピル)-ビスフェノールA、1,4-シクロヘキサジメタノール、1,3-シクロヘキサジメタノール、キシレンジメタノール、シクロヘキサジオール、ジエチレングリコール、ビス(2-ヒドロキシエチル)オキシド、ジプロピレングリコール、ジブチレン、およびこれらの組み合わせが挙げられる。選択される有機ジオールの量はさまざまであってもよく、例えば、樹脂の約40～約60モル%、例えば、約42～約55モル%、または約45～約53モル%の量で存在していてもよい（が、これらの範囲からはずれた量を使用してもよい）。

#### 【0044】

適切なアモルファス樹脂としては、ポリエステル、ポリアミド、ポリイミド、ポリオレフィン、ポリエチレン、ポリブチレン、ポリイソブチレート、エチレン-プロピレンコポリマー、エチレン-酢酸ビニルコポリマー、ポリプロピレン、これらの組み合わせなどが挙げられる。使用可能なアモルファス樹脂の例としては、アルカリスルホン酸化-ポリエステル樹脂、分枝鎖アルカリスルホン酸化-ポリエステル樹脂、アルカリスルホン酸化-ポリイミド樹脂および分枝鎖アルカリスルホン酸化-ポリイミド樹脂が挙げられる。アルカリスルホン酸化ポリエステル樹脂、いくつかの実施形態では、例えば、コポリ(エチレン-テレフタレート)-コポリ(エチレン-5-スルホ-イソフタレート)、コポリ(プロピレン-テレフタレート)-コポリ(プロピレン-5-スルホ-イソフタレート)、コポリ(ジエチレン-テレフタレート)-コポリ(ジエチレン-5-スルホ-イソフタレート)、コポリ(プロピレン-ジエチレン-テレフタレート)-コポリ(プロピレン-ジエチレン-5-スルホイソフタレート)、コポリ(プロピレン-ブチレン-テレフタレート)-コポリ(プロピレン-ブチレン-5-スルホイソフタレート)、コポリプロポキシ化ビスフェノールA-フマレート)-コポリ(プロポキシ化ビスフェノールA-5-スルホ-イソフタレート)、コポリ(エトキシ化ビスフェノールA-フマレート)-コポリ(エトキシ化ビスフェノールA-5-スルホ-イソフタレート)およびコポリ(エトキシ化ビスフェノールA-マレエート)-コポリ(エトキシ化ビスフェノールA-5-スルホ-イソフタレート)の金属またはアルカリ塩が有用な場合があり、アルカリ金属は、例えば、ナトリウムイオン、リチウムイオンまたはカリウムイオンである。

#### 【0045】

不飽和アモルファスポリエステル樹脂をラテックス樹脂として使用することができる。例示的な不飽和アモルファスポリエステル樹脂としては、限定されないが、ポリ(プロポキシ化ビスフェノールコ-フマレート)、ポリ(エトキシ化ビスフェノールコ-フマレート)、ポリ(ブチルオキシ化ビスフェノールコ-フマレート)、ポリ(コ-プロポキシ化ビスフェノールコ-エトキシ化ビスフェノールコ-フマレート)、ポリ(1,2-プロピレンフマレート)、ポリ(プロポキシ化ビスフェノールコ-マレエート)、ポリ(エトキシ化ビスフェノールコ-マレエート)、ポリ(ブチルオキシ化ビスフェノールコ-マレエート)、ポリ(コ-プロポキシ化ビスフェノールコ-エトキシ化ビスフェノールコ-マレエート)、ポリ(1,2-プロピレンマレエート)、ポリ(プロポキシ化ビスフェノールコ-イタコネート)、ポリ(エトキシ化ビスフェノールコ-イ

10

20

30

40

50

タコネート)、ポリ(ブチルオキシ化ビスフェノールコ-イタコネート)、ポリ(コ-プロポキシ化ビスフェノールコ-エトキシ化ビスフェノールコ-イタコネート)、ポリ(1,2-プロピレンイタコネート)、およびこれらの組み合わせが挙げられる。適切なポリエステル樹脂は、ポリアルコキシ化ビスフェノールA-コ-テレフタル酸/ドデセニルコハク酸/トリメリット酸樹脂、またはポリアルコキシ化ビスフェノールA-コ-テレフタル酸/フマル酸/ドデセニルコハク酸樹脂、またはこれらの組み合わせであってもよい。

#### 【0046】

いくつかの実施形態では、適切な結晶性樹脂としては、ドデカン二酸と1,9-ノナンジオールから作られる樹脂を挙げることができる。例えば、ポリアルコキシ化ビスフェノールA-コ-テレフタル酸/ドデセニルコハク酸/トリメリット酸樹脂、またはポリアルコキシ化ビスフェノールA-コ-テレフタル酸/フマル酸/ドデセニルコハク酸樹脂、またはこれらの組み合わせを、ポリドデカン二酸-コ-1,9-ノナンジオール結晶性ポリエステル樹脂と合わせてもよい。

10

#### 【0047】

樹脂は、ガラス転移温度が約30~約80、例えば、約35~約70であってもよい。樹脂は、約130での溶融粘度が約10~約1,000,000 Pa・S、例えば、約20~約100,000 Pa・Sであってもよい。1種類、2種類、またはそれより多種類のトナー樹脂を使用してもよい。2種類以上のトナー樹脂を使用する場合、トナー樹脂は、任意の適切な比(例えば、重量比)、例えば、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。

20

#### 【0048】

ある実施形態では、トナー粒子は、体積メジアン粒径( $D_{50v}$ )が約3ミクロン~約9ミクロンの範囲であってもよい。ある実施形態では、トナー粒子は、体積メジアン粒径が約3~約4ミクロンの範囲であってもよい。本明細書に開示するプロセスは、任意の特定の粒径に限定されず、当該技術分野で使用される任意の粒径のトナー粒子を特定の利点を与えつつ使用してもよい。例えば、約4ミクロン未満のトナー粒子は、濾過ケーキに改良された空隙率を与えることによって、濾過および洗浄の改良されたサイクル時間を経験するだろう。同様に、約4ミクロンよりも大きいトナー粒子は、目詰まりおよび他の悪い影響を経験しないと思われるが、濾過、洗浄および乾燥の条件によって、下流の従来のブレンドプロセスと比較して、トナー添加剤の付着性を改良するだろう。さらに、粒径とは独立して、処理の上流で1種類以上のトナー添加剤を加えることによって、トナー粒子の上に層状なコーティングを与える改良された手段を与えるだろう。

30

#### 【実施例】

#### 【0049】

##### (実施例1)

トナースラリー中のふるい分けしたトナー粒子(平均粒径3.80ミクロン)で、PMMA添加剤混入試験を行なった。1つの実験は、異なる添加剤混入濃度の影響を調べるために行い、第2の実験は、名目上のプロセス(添加剤を加えない)と混入プロセスの違いを調べるために行った。PF0.40 Laroxフィルタープレスユニットによってスラリーを処理し、これを洗浄し、名目上3.8ミクロンのトナー粒子の処理条件で乾燥させた。サイクル時間を綿密に監視した(最初の母液除去/濾過中の供給時間、再懸濁させた材料をLaroxに圧送するための供給時間、RO水動的洗浄のサイクル時間)。乾燥させた親粒子に対し、走査型電子顕微鏡(SEM)およびPMMA(PYR/GC)分析を含む分析を行った。

40

#### 【0050】

手順: 20ガロンのトナー粒子のパイロットプラントバッチを作り、PMMA混入試験のために半分に分けた。このバッチの1つめの半分(第1パート)には、添加剤材料をいれず、2つめの半分(第2パート)には、PMMAを0.50%の濃度で混入させた(乾燥粒子保持量の0.50%)。

50

## 【 0 0 5 1 】

ふるい分けしたスラリーにP M M Aを加え、1 . 5時間かけてスラリーに完全に組み込んだ。この材料の下流での処理（母液（M L）の除去およびその後の動的洗浄（再懸濁洗浄後））のために、P F 0 . 4 0 L a r o xを使用した。パイロットプラント洗浄のために、以下の名目上のプロセスの設定点を使用した。供給圧力1 . 8 b a r、プレス圧2 . 0 b a r、M L除去のためのプレス時間1 8 0秒、動的洗浄のためのプレス時間9 0秒、M L除去のための風乾時間1 5 0秒、動的洗浄のための風乾時間2 0 0秒。

## 【 0 0 5 2 】

プロセスのデータを集め、独立して検証した。結果を図1にグラフで示す。全体として、混入していない材料と比較すると、トナーバッチのうちP M M Aが混入した部分は、洗浄プロセス、母液除去の最初の部分の間の圧送する材料の供給時間について、サイクル時間の2 9 %の短縮を示した。1回目の洗浄の再懸濁による洗浄の後、圧送する供給時間の1 6 %の短縮が観察された。2回目の動的洗浄の場合、バッチのP M M A部分対P M M Aのない部分で、R O水洗浄サイクルは7 %短くなった。すべての場合に、P M M Aを混入させた材料は、図1に示すように短いサイクル時間を示し、その効果は、母液分離のときに最も顕著であった。

10

## 【 0 0 5 3 】

材料を乾燥させ、超微細親粒子を製造し、分析を行った。S E M画像を図2に示す。P M M A分析試験（P Y R / G C）から、第2のバッチについて、P M M A添加剤保持量の最終量は、乾燥粒子の関数として、約0 . 1 2 %であることがわかった。この材料は、元々0 . 5 0 %の濃度で混入しており、そのため、このことは、プレスおよび洗浄の間の洗浄プロセス中に、濾液に対し、添加剤材料がほぼ7 0 %失われたことをあらわす。

20

## 【 0 0 5 4 】

S E M画像にP M M A添加剤は、トナー粒子表面に付着した白色に着色した小さな球として明らかにみられる（実験の第2部、P M M Aが混入した部分）。洗浄中のプレス処理から作られる添加剤嵌入の特定の分布およびトロイダルフラッシュジェット乾燥プロセスの乱流エネルギーが存在するようである。ほぼ半分のP M M A粒子がトナーに付着していることが示され、残りは、平坦になっており、トナー粒子表面への多量の添加剤嵌入を示すようである。

## 【 0 0 5 5 】

S E M画像に示されるように、混入していない材料と、P M M Aが混入した材料（後者では、P M M A添加剤が、トナー表面に存在する）とでかなりの差が存在する。同様の処理として、従来の粒径のトナー粒子（ $D_{v50} = 6$ ミクロン）を図3のS E Mに示す。洗浄および乾燥のあいだのP M M A添加剤の付着は、従来の下流にあるブレンドによって達成される量よりも実質的に高いことが明らかであった。したがって、名目上のブレンドプロセスよりも、濾過プレスおよび乾燥器の中で、添加剤の嵌入が良好/強力であると思われる。

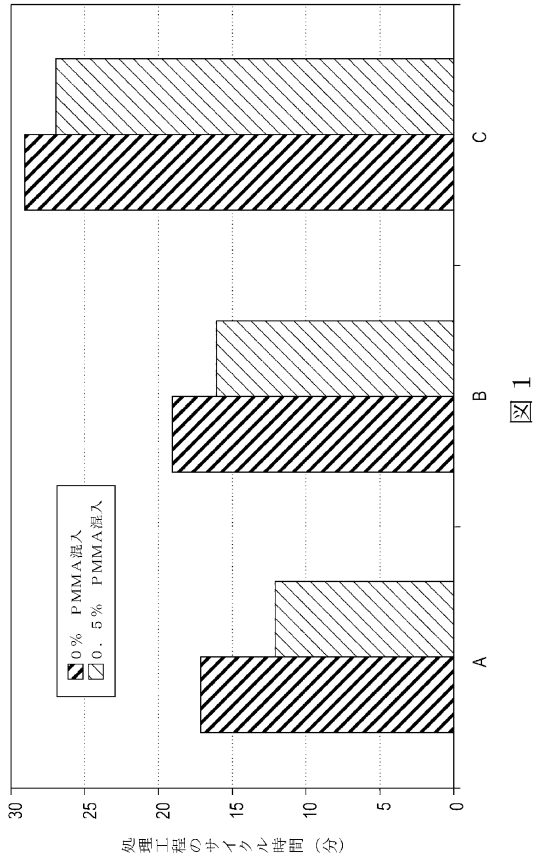
30

## 【 0 0 5 6 】

まとめると、P M M Aによって例示されるような流動し、潤滑する特性を有するトナー添加剤によって、小さなトナー粒子で観察される洗浄プロセスの長いサイクル時間を改良するだろう。いくつかの材料がこのプロセスで失われると予想されたが、残っているトナー添加剤は、トナー粒子に比較的良好に分布し、名目上のブレンドプロセスで見られるよりも、少なくとも良いか、またはより優れた嵌入を示した。特に、本発明のプロセスは、超微細トナーの処理に有効であることが示され、このことは、トナー粒子へのトナー添加剤の良好な嵌入も達成しつつ、サイクル時間の短縮を示す。この実施例でP M M Aを試験したが、当業者は、本明細書に開示するようなプロセスで使用可能な代替的なトナー添加剤を理解するだろう。最後に、画質になんら実質的な悪い影響を示すことなく、このプロセスが良好な品質のトナー粒子を製造することがP M M Aの実施例によって示された。

40

【図 1】



【図 2 A】

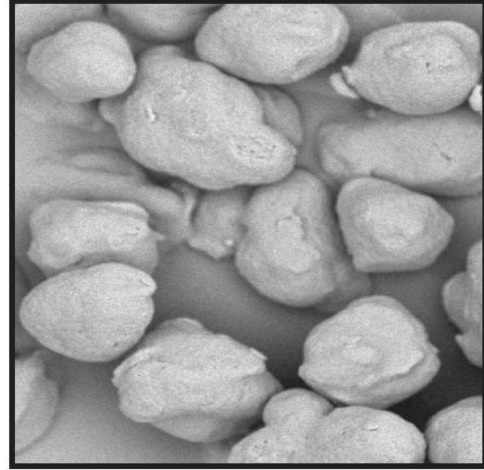


図 2 A

【図 2 B】

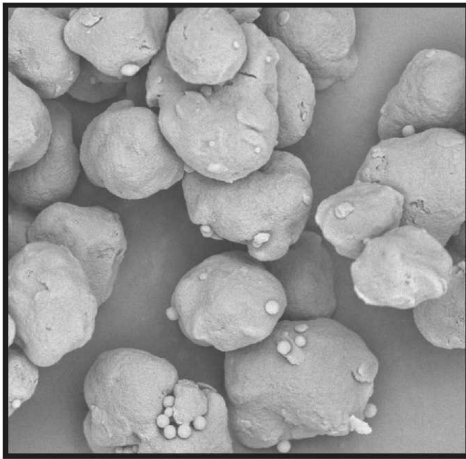


図 2 B

【図 3】

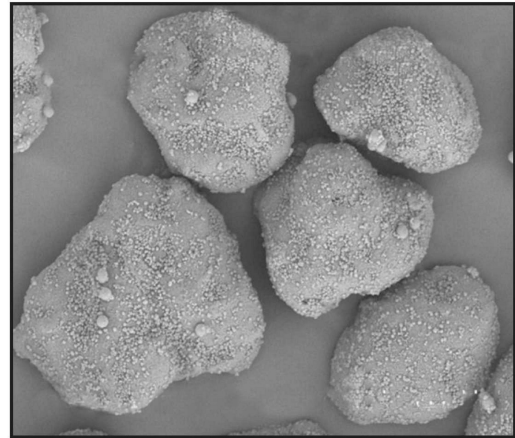


図 3

---

フロントページの続き

- (72)発明者 エリック・ジョセフ・ヤング  
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 5 8 0 ウェブスター サミットヴィル・ドライブ 1 1  
0 4
- (72)発明者 ジェイ・エル・シュナイダー  
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 4 2 4 キャナンデーグア ウッド・ストリート 1 2

審査官 本田 博幸

- (56)参考文献 特開2010-134326(JP,A)  
特開2012-008555(JP,A)  
特開2006-267345(JP,A)  
特開2006-267516(JP,A)  
特開平08-044111(JP,A)  
特開2011-018045(JP,A)  
米国特許出願公開第2006/0160007(US,A1)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
G03G 9/00 - 9/113