

(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2019-139218

(P2019-139218A)

(43) 公開日 令和1年8月22日(2019.8.22)

(51) Int.Cl.		F I				テーマコード (参考)
G03G	9/097	(2006.01)	G03G	9/097	365	2H500
G03G	9/08	(2006.01)	G03G	9/08	381	
G03G	9/087	(2006.01)	G03G	9/087	325	
G03G	9/093	(2006.01)	G03G	9/093		

審査請求 未請求 請求項の数 20 O L (全 20 頁)

(21) 出願番号	特願2019-2455 (P2019-2455)	(71) 出願人	596170170
(22) 出願日	平成31年1月10日 (2019.1.10)		ゼロックス コーポレイション
(31) 優先権主張番号	15/891, 818		XEROX CORPORATION
(32) 優先日	平成30年2月8日 (2018.2.8)		アメリカ合衆国 コネチカット州 068
(33) 優先権主張国・地域又は機関	米国 (US)		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YK I 国際特許事務所
		(72) 発明者	シデッシュ・ニティン・パワル
			アメリカ合衆国 ニューヨーク州 145
			80 ウェブスター カントリー・マナー
			・ウェイ 148 アpartment 2

最終頁に続く

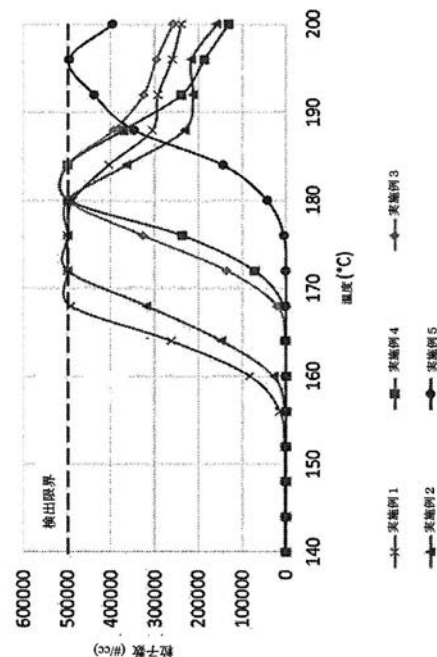
(54) 【発明の名称】 機械超微粒子 (UFP) の排出の削減を示すトナーおよび関連する方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】機械超微粒子 (UFP) の排出削減を示すトナーおよびトナーの形成方法を提供する。

【解決手段】少なくとも1つの樹脂と、少なくとも1つのワックスと、任意選択的に少なくとも1つの着色剤との混合物からトナーを形成することであって、少なくとも1つのワックスが、ある種類のものであり、トナーに所定の PER_{10} 値を提供するように選択される量で存在するように形成することと、トナーの PER_{10} 値を測定することであって、測定されたトナーの PER_{10} 値が、所定の PER_{10} 値以下であることと、を含む。トナーをこれらの方法を使用して形成する。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

トナーを形成する方法であって、

少なくとも 1 つの樹脂と、少なくとも 1 つのワックスと、任意選択的に少なくとも 1 つの着色剤との混合物からトナーを形成することであって、前記少なくとも 1 つのワックスが、ある種類のものであり、前記トナーに所定の PER_{10} 値を提供するように選択される量で存在する、形成することと、

前記トナーの PER_{10} 値を測定することであって、前記測定された前記トナーの PER_{10} が、前記所定の PER_{10} 値以下である、測定することと、を含む、方法。

【請求項 2】

10

前記形成するステップが、乳化凝集プロセスである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記所定の PER_{10} 値が、 1×10^{11} 粒子 / cm^3 以下である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記トナーが、145 ~ 156 の範囲の最小定着温度、195 を超えるホットオフセット温度、またはそれらの両方をさらに特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

前記トナーが、同じ方法によって形成され、前記少なくとも 1 つのワックスを除いて前記トナーと同じ組成を有する比較用トナーのものと同じである、最小定着温度、ホットオフセット温度、またはそれらの両方をさらに特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

20

【請求項 6】

前記比較用トナーが、単一のワックスを含み、前記単一のワックスが、前記比較用トナーの約 11 重量%の量のパラフィンである、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 7】

前記測定された前記トナーの PER_{10} 値が、同じ方法によって形成され、前記少なくとも 1 つのワックスを除いて前記トナーと同じ組成を有する比較用トナーのものより少なくとも 5 倍低い、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

前記トナーが、前記比較用トナーのものと同じである、最小定着温度、ホットオフセット温度、またはそれらの両方をさらに特徴とする、請求項 7 に記載の方法。

30

【請求項 9】

前記少なくとも 1 つのワックスが、少なくとも 90 である T_m を特徴とし、前記少なくとも 1 つのワックスの量が、前記トナーの 10 重量%以下である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 10】

前記少なくとも 1 つのワックスが、ポリメチレン、モンタン酸エステル、ポリエチレン、およびそれらの組み合わせから選択され、前記少なくとも 1 つのワックスの量が、前記トナーの 10 重量%以下である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 11】

40

前記トナーが、単一のワックスを含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 12】

前記単一のワックスが、ポリメチレン、モンタン酸エステル、およびポリエチレンから選択され、前記単一のワックスの量が、前記トナーの 10 重量%以下である、請求項 11 に記載の方法。

【請求項 13】

前記少なくとも 1 つの樹脂が、スチレン / n ブチルアクリレート / CEA コポリマーである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 14】

前記トナーが、コアシェルトナーである、請求項 1 に記載の方法。

50

【請求項 15】

前記少なくとも 1 つの樹脂が、スチレン / n ブチルアクリレート / C E A コポリマーであり、前記少なくとも 1 つのワックスが、ポリメチレン、モンタン酸エステル、ポリエチレン、およびそれらの組み合わせから選択され、前記少なくとも 1 つのワックスの量が、前記トナーの 10 重量 % 以下であり、前記トナーが、コアシェルトナーである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 16】

前記トナーが、単一のワックスを含み、前記単一のワックスが、ポリメチレンまたはポリエチレンである、請求項 15 に記載の方法。

【請求項 17】

前記測定された前記トナーの $P E R_{10}$ 値が、同じ方法によって形成され、前記比較用トナーが前記比較用トナーの約 11 重量 % の量のパラフィンを含むことを除いて前記トナーと同じ組成を有する比較用トナーのものより少なくとも 5 倍低い、請求項 16 に記載の方法。

【請求項 18】

前記トナーが、前記比較用トナーのものと同じである、最小定着温度、ホットオフセット温度、またはそれらの両方をさらに特徴とする、請求項 17 に記載の方法。

【請求項 19】

少なくとも 1 つの樹脂、少なくとも 1 つのワックス、および任意選択的に少なくとも 1 つの着色剤を含むコアシェルトナーであって、前記少なくとも 1 つのワックスが、ある種類のものであり、前記トナーに所定の $P E R_{10}$ 値を提供するように選択される量で存在し、さらに、前記コアシェルトナーが、前記所定の $P E R_{10}$ 値以下である測定された $P E R_{10}$ 値を特徴とする、コアシェルトナー。

【請求項 20】

前記所定の $P E R_{10}$ 値が、 1×10^{-11} 粒子 / cm^3 以下である、コアシェルトナー。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

超微粒子 (UFP) は、典型的には、100 nm 以下のサイズを有するナノ粒子を特徴とする。電子写真印刷装置は、通常の動作中に UFP 排出源となり得る。しかしながら、装置の本体を構成するプラスチック材料由来のトナー成分、定着器ロール潤滑剤、または油、紙、および可塑剤を含む、UFP 排出の可能性のある供給源は数多く存在する。UFP 排出を削減する従来のアプローチは、電子写真印刷装置の定着温度を低下させることに集中してきた。

【0002】

本開示は、超微粒子 (UFP) の排出の削減を示すトナーおよび関連する方法の例証的な例を提供する。

【0003】

一態様では、トナーを形成する方法を提供する。実施形態では、このような方法は、少なくとも 1 つの樹脂と、少なくとも 1 つのワックスと、任意選択的に少なくとも 1 つの着色剤との混合物からトナーを形成することであって、少なくとも 1 つのワックスが、ある種類のものであり、トナーに所定の $P E R_{10}$ 値を提供するように選択される量で存在する、形成することと、トナーの $P E R_{10}$ 値を測定することであって、測定されたトナーの $P E R_{10}$ 値が、所定の $P E R_{10}$ 値以下である、測定することと、を含む。

【0004】

別の態様では、トナーを提供する。実施形態では、コアシェルトナーであって、コアシェルトナーが、少なくとも 1 つの樹脂、少なくとも 1 つのワックス、および任意選択的に

10

20

30

40

50

少なくとも1つの着色剤を含み、少なくとも1つのワックスが、ある種類のものであり、トナーに所定の PER_{10} 値を提供するように選択される量で存在し、さらに、コアシェルトナーが、所定の PER_{10} 値以下である測定された PER_{10} 値を特徴とする、コアシェルトナーを提供する。

【図面の簡単な説明】

【0005】

【図1】各々が異なる種類のワックスおよび/またはワックスの量を有する、いくつかのトナーの粒子数対温度のプロットを示す。

【0006】

本開示は、超微粒子(UFP)の排出の削減を示すトナーおよび関連する方法を提供する。以下にさらに説明するように、本開示のトナーは、関連する比較用トナーと比較して、電子写真印刷装置において使用される場合、有意に低いUFP排出をもたらす(例えば、実施形態では、5倍超低い)。しかしながら、同時に、少なくともいくつかの実施形態では、本開示のトナーは、それらの関連する比較用トナーと同じ定着特性を示す。

【0007】

本開示のトナーは、少なくとも1つの樹脂、少なくとも1つのワックス、および任意選択的に少なくとも1つの着色剤を含む。トナーは、コアシェルトナーであり得る。本開示全体を通して、トナーは、比較用トナーと比較され得る。「比較用トナー」とは、トナーの組成およびその比較用トナーの組成が、トナーおよび比較用トナーの異なるワックスを除いて、同じであることを意味する。ワックスの種類、ワックスの量、またはそれらの両方が、その比較用トナーと比較して、トナーにおいて異なってもよい。「組成」という用語は、他のトナー成分ならびにこれらの成分の量を指す。加えて、「比較用トナー」とは、トナーおよびその比較用トナーを作製するプロセスが同じであることを意味する。両方の場合において、「同じ」という用語は、同一の成分/量/プロセス、ならびに同一であることからわずかに逸脱するが、トナーの特性に影響を与えるには逸脱が小さすぎる、成分/量/プロセスを包含することを意味する。

【0008】

例証として、実施例1および3のトナーは、同じ組成(ワックスの種類を除く)を有し、同じプロセスを使用して調製されたと考えられる。したがって、実施例3は、本開示のトナーであると考えることができ、実施例1は、その関連する比較用トナーであると考え

【0009】

樹脂

様々な樹脂を本開示のトナーに利用することができる。そのような樹脂は、利用される特定のポリマーに依存して、任意の好適なモノマーから作製され得る。好適なモノマーは、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、それらの混合物などを含むが、これらに限定されない。

【0010】

樹脂の例には、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、ポリプロピレンなど、ならびにそれらの混合物が含まれる。使用され得る樹脂の追加の例には、ポリ(スチレン-アクリレート)樹脂、架橋ポリ(スチレン-アクリレート)樹脂、ポリ(スチレン-メタクリレート)樹脂、架橋ポリ(スチレン-メタクリレート)樹脂、ポリ(スチレン-ブタジエン)樹脂、架橋ポリ(スチレン-ブタジエン)樹脂、ポリエステル樹脂、アルカリスルホン化ポリエステル樹脂、分岐アルカリスルホン化ポリエステル樹脂、アルカリスルホン化ポリイミド樹脂、分岐アルカリスルホン化ポリイミド樹脂、アルカリスルホン化ポリ(スチレン-アクリレート)樹脂、架橋アルカリスルホン化ポリ(スチレン-アクリレート)樹脂、ポリ(スチレン-メタクリレート)樹脂、架橋アルカリスルホン化ポリ(スチレン-メタクリレート)樹脂、アルカリスルホン化ポリ(スチレン-ブタジエン)

樹脂、架橋アルカリスルホン化ポリ（スチレン ブタジエン）樹脂など、ならびにそれらの混合物が含まれる。しかしながら、いくつかの実施形態では、ポリエステル樹脂を使用しない。

【 0 0 1 1 】

他の樹脂の例には、ポリ（メチルスチレン 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 イソブレン）、ポリ（メチルスチレン イソブレン）、ポリ（メチルメタクリレート 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 プロピルアクリレート）、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 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 ブタジエン アクリロニトリル アクリル酸）、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 ブチルアクリレート メタクリル酸）、ポリ（スチレン ブチルアクリレート アクリロニトリル）、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（スチレン ブチルアクリレート カルボキシエチルアクリレート）など、ならびにそれらの混合物が挙げられる。

10

20

【 0 0 1 2 】

他の樹脂の例には、ポリ（スチレン アルキルアクリレート）、ポリ（スチレン 1, 3 ジエン）、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 1, 3 - ジエン 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）、ポリ（スチレン 1, 3 ジエン アクリロニトリル アクリル酸）、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）、ポリ（スチレン ブチルアクリレート アクリロニトリル）、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（アクリロニトリル ブチルアクリレート アクリル酸）など、ならびにそれらの混合物が挙げられる。この段落において使用される「アルキル」という用語は、約 1 ~ 約 12 個の炭素原子、約 1 ~ 約 10 個の炭素原子、または約 1 ~ 約 6 個の炭素原子を含有し得る。

30

【 0 0 1 3 】

樹脂のポリマーは、ブロックコポリマー、ランダムコポリマー、または交互コポリマー、ならびにそれらの組み合わせであり得る。実施形態では、樹脂は、スチレン / n ブチルアクリレート / カルボキシエチルアクリレートコポリマーであり、モノマーのモル比は、約 69 ~ 約 90 部のスチレン、約 9 ~ 約 30 部の n ブチルアクリレート、および約 1 ~ 約 10 部の カルボキシエチルアクリレートであり、重量平均分子量 (M_w) 値は、約 30,000 ~ 約 40,000 であり、数平均分子量 (M_n) 値は、約 8,000 ~ 約 15,000 である。 M_w および M_n の両方が、ゲル浸透クロマトグラフィー (GPC) を使用して決定され得る。実施形態では、樹脂は、約 35 ~ 約 75、約 40 ~ 約 70、または約 45 ~ 約 65 の範囲のガラス転移温度 (T_g) を有する。 T_g は、示差走査熱量測定 (DSC) を使用して決定され得る。

40

【 0 0 1 4 】

トナーを形成する際には、上記に説明される樹脂のうちのいずれかを、ラテックスとし

50

て利用することができる。このようなラテックスは、利用される樹脂（複数可）に依存して、上記に説明されるモノマーのうちのいずれかを様々な量で利用して調製することができる。半連続乳化重合を含む、このようなラテックスを形成するために、様々な乳化重合プロセスを使用することができる。様々な異なる種類の界面活性剤、開始剤、連鎖移動剤、架橋剤、安定剤、およびそれらの組み合わせが、様々な量で、このようなラテックスを形成するためのプロセスにおいて使用され得る。

【0015】

トナー

上記に説明されるラテックスを利用して、本開示のトナーを形成し得る。以下にさらに説明されるように、トナーは、ワックスおよび着色剤などの他の成分を含み得る。このようなワックスおよび着色剤は、界面活性剤を含有する分散液に利用され得る。陰イオン性、陽イオン性、および非イオン性界面活性剤を含む、様々な異なる種類の界面活性剤および界面活性剤の組み合わせを使用することができる。

10

【0016】

ワックス

ワックスが、本開示のトナーに含まれる。ワックスの機能は、定着ステップ中の定着器ロールへのトナー層の付着を最小にするための離型機能を提供することである。ワックス（複数可）の選択およびトナー中のワックス（複数可）の量は、この離型機能を達成することに部分的に基づいている。しかしながら、本開示では、ワックス（複数可）の種類およびワックス（複数可）の量は、例えば、電子写真印刷装置に使用される場合、トナーからの超微粒子（UFP）の排出を抑制するように選択される。以下の実施例に示されるように、離型機能のみを達成するための選択は、必ずしもUFPの排出の抑制を達成するものではない。UFPの排出の抑制に関しては、ワックス（複数可）の種類およびワックス（複数可）の量は、所定の T_{UFP} 開始値（粒子数がゼロより上に上昇し始める温度）および/または所定の PER_{10} 値（電子写真印刷装置の10分の印刷段階で排出される超微粒子の総数）を達成するように選択され得る。「所定の」値は、トナーの形成前に決定されるように得られるべき所望の値を指す。トナー中のワックス（複数可）の種類および量は、特定の定着特性（以下にさらに説明されるような）を確実にするように選択され得る。

20

【0017】

本開示のトナーに使用されるワックス（複数可）は、例えば、それらの関連する比較用トナーのワックス（複数可）と比較して、比較的高い融解温度（ T_m ）を有する。実施形態では、トナーのワックス（複数可）は、その関連する比較用トナーのワックス（複数可）の T_m よりも、少なくとも13、少なくとも15、または少なくとも17高い T_m を特徴とする。実施形態では、トナーのワックス（複数可）は、少なくとも87、少なくとも90、または少なくとも93の T_m を特徴とする。使用することができる例証的なワックスは、ポリメチレンワックス分散液（例えば、Cyttech Productsから入手可能なポリメチレンワックス分散液）である。使用することができる別の例証的なワックスは、モンタン酸エステルワックス（例えば、Clariantから入手可能なLicowax WE4、WE40、またはWM31）である。使用することができる例証的なワックスは、ポリエチレンワックス分散液（例えば、Omnovaから入手可能なD1509）である。実施形態では、トナーは、単一のワックス（すなわち、唯一の種類のワックス）を含む。

30

40

【0018】

本開示のトナー中に使用されるワックス（複数可）は、例えば、それらの関連する比較用トナー中のワックス（複数可）の量と比較して、比較的低い量で存在する。実施形態では、トナーは、その関連する比較用トナーと比較して、少なくとも16%低い総ワックスを含有する。これは、トナーが、その比較用トナーと比較して、少なくとも18%低いワックスまたは少なくとも20%低い総ワックスを含有する実施形態を含む。実施形態では、ワックス（複数可）は、トナー中に、トナーの10重量%以下、トナーの9重量%以下

50

の量で、トナーの１重量％～１０重量％、トナーの２重量％～１０重量％、またはトナーの５重量％～１０重量％の範囲で存在する。

【００１９】

実施形態では、比較用トナーのワックスは、パラフィンワックス、例えば、 T_m を有するパラフィンワックスである。実施形態では、比較用トナーのワックスは、比較用トナーの約１１重量％の量で存在する。

【００２０】

着色剤

着色剤は、本開示のトナーに含まれ得る。着色剤は、例えば、顔料、染料、染料の混合物、顔料の混合物、染料と顔料との混合物などのそれらの混合物を含む。着色剤は、所望の色、色相、陰影などを付与するのに十分な量で添加され得る。着色剤は、例えば、トナーの約０重量％～約２０重量％、トナーの約１重量％～約１５重量％、またはトナーの約２重量％～約１０重量％の量で存在し得る。

10

【００２１】

ファーネスブラック、サーマルブラックなどの形態で入手可能なカーボンブラックは、好適な着色剤である。カーボンブラックは、所望の色相を生成するために、シアン着色剤などの１つ以上の他の着色剤と共に使用され得る。

【００２２】

シアン顔料の例としては、銅テトラ（オクタデシルスルホンアミド）フタロシアニン、Paul Uhlich & Co., Inc. から入手可能なCI 74160、HELIO GEN BLUE L6900（商標）、D6840（商標）、D7080（商標）、D7020（商標）、PYLAM OIL BLUE（商標）、PYLAM OIL YELLOW（商標）、およびPIGMENT BLUE I（商標）として色指数（CI）に列挙されている銅フタロシアニン着色剤、CI Pigment Blue（PB）、PB15：3、PB15：4、CI 69810として識別されるAnthrazine Blue着色剤、Special Blue X 2137、それらの混合物などが含まれる。

20

【００２３】

マゼンタ顔料の例には、C.I. 26050として識別されるジアゾ染料、2,9ジメチル置換キナクリドン、C.I. 60710として識別されるアントラキノン染料、C.I. Dispersed Red 15、E.I. DuPont de Nemours & Co. から入手可能なCINQUASIA MAGENTA（商標）、C.I. Solvent Red 19、Pigment Red（PR）122、PR 269、PR 185、それらの混合物などが挙げられる。

30

【００２４】

黄色の着色剤の例には、ジアリーリドイエロー３，３ジクロロベンジデンアセトアセトアニリド、C.I. 12700として色指数で識別されるモノアゾ顔料、C.I. Solvent Yellow 16、Foron Yellow SE/GLNとして色指数で識別されるニトロフェニルアミンスルホンアミド、LEMON CHROME YELLOW DCC 1026（商標）CI、サノフィ製のNOVAPERM YELLOW FGL（商標）、Paliogen Yellow 152、1560（BASF）、Lithol Fast Yellow 0991K（BASF）、Paliotol Yellow 1840（BASF）、Neopen Yellow（BASF）、Novoperm Yellow FG 1（サノフィ）、Permanent Yellow YE 0305（Paul Uhlich）、Pigment Yellow 74、Lumogen Yellow D0790（BASF）、Sunsperse Yellow YHD 6001（Sun Chemicals）、SUCD Yellow D1355（BASF）、Permanent Yellow FGL、Disperse Yellow、3,2,5ジメトキシ 4スルホン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、それらの混合物などが挙げら

40

50

れる。

【0025】

トナーの調製

本開示のトナーは、当業者の知識の範囲内の任意の方法によって調製することができる。トナー調製に関連する実施形態は、乳化凝集（E A）プロセスに関して以下に説明されるが、懸濁プロセスおよびカプセル封入プロセスなどの化学プロセスを含む、トナーを調製する任意の好適な方法を使用することができる。実施形態では、トナーは、ワックスと、樹脂を含有するラテックスと、任意選択的に着色剤との混合物を凝集させて凝集粒子を形成し、次に凝集粒子を合体させることを含むプロセスなどのE Aプロセスによって調製される。本プロセスは、例えば、約600～約6,000回転/分で混合することによる均質化を伴い得る。ワックスは、均質化ループを介して添加され得る。

10

【0026】

凝集剤が、ワックスと、ラテックスと、任意選択的に着色剤との混合物に添加され得る。任意の好適な凝集剤を利用してもよい。凝集剤は、例えば、ポリ塩化アルミニウム（P A C）などのポリアルミニウムハライドまたは対応する臭化物、フッ化物、もしくはヨウ化物などの無機陽イオン性凝集剤；ポリアルミニウムスルホシリケート（P A S S）などのポリアルミニウムシリケート；または、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、硫酸アルミニウムカリウム、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、および硫酸銅、またはそれらの組み合わせを含む水溶性金属塩であり得る。凝集剤は、樹脂のT_g未満である温度で混合物に添加され得る。

20

【0027】

凝集剤は、様々な量で混合物に添加され得る。実施形態では、凝集剤の量は、混合物の約0.1重量%～約8重量%、混合物の約0.2重量%～約5重量%、または混合物の約0.5重量%～約2重量%である。凝集剤は、硝酸または類似の酸の溶液中に添加され得る。粒子の凝集を制御するために、凝集剤を経時的に混合物中に計量してもよい。凝集剤の添加は、連続的な均質化を用いて達成することができる。添加後、混合物をさらに均質化してもよい。

【0028】

混合物の粒子は、所定の粒子サイズが得られるまで凝集することを可能にされ得る。所定のサイズは、形成前に決定されるように得られる所望の粒子サイズを指し、粒子サイズは、成長プロセス中に観察され得る。サンプルは、成長プロセス中に採取され得、例えば、コールターカウンターを用いて分析され得る。所定の所望の粒子サイズに到達すると、成長プロセスは停止される。凝集粒子の体積平均粒径は、例えば、約3 μm～約10 μm、実施形態では、約5 μm～約9 μm、または約6 μm～約8 μmであり得る。

30

【0029】

シェル樹脂

凝集後であるが合体前に、樹脂被覆を凝集粒子に適用して、その上にシェルを形成し得る。上記に説明される任意の樹脂をシェルに利用することができる。実施形態では、シェルに利用される樹脂は、スチレン アルキルアクリレート C E A コポリマーを含有する。実施形態では、樹脂は、上記に説明される特性を有するスチレン/n ブチルアクリレート/ カルボキシエチルアクリレートコポリマーを含むスチレン/n ブチルアクリレート/ カルボキシエチルアクリレートコポリマーである。しかしながら、コア中の樹脂およびシェル中の樹脂は、同じである必要はない。シェル樹脂は、上記に説明されるようなラテックスの形態で利用することができる。

40

【0030】

所望の最終サイズのトナー粒子が得られると、混合物のpHを、pH制御剤を用いて、約3～約10、実施形態では、約4～約9、または約4～約6の値に調整し得る。好適なpH制御剤には、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、そ

50

これらの組み合わせなどのアルカリ金属水酸化物を含む様々な塩基が含まれる。pHを所望の値に調整するのを助けるために、エチレンジアミン四酢酸(EDTA)またはEDTAの塩基などのキレート剤を添加してもよい。合体の前に、混合物の温度を、例えば、所望の合体温度まで上げることができ、混合物のpHを、酸性水溶液、例えば、 HNO_3 を添加することによって、所望の合体pHに調整することができる。

【0031】

合体

シェルの凝集および適用に続いて、次に、粒子を所望の最終形状に合体させることができ、合体は、例えば、トナー粒子を形成するために利用される樹脂(複数可)の T_g 以上であり得る、約80～約110、実施形態では、約85～約100の温度で混合物の温度を加熱/維持することによって達成される。温度の特定の選択は、使用される樹脂の関数である。合体は、例えば、約1分～約10時間または約5分～約5時間の期間にわたって達成され得る。粒子は、所望の円形度が達成されるまで合体され得る。合体の間、pH制御剤を使用して、例えば、約3～約10、実施形態では、約5～約10、または約5～約7の値にpHを調整することができる。

10

【0032】

凝集後、混合物を室温まで冷却し得る。所望されるように、冷却は、急速でも緩徐であってもよい。冷却中、pH制御剤を使用して、例えば、約3～約10、実施形態では、約4～約9、または約6～約9の値にpHを調節することができる。冷却後、トナー粒子を篩い分けし、洗浄し、次に乾燥させることができる。

20

【0033】

トナー粒子は、例えば、トナーの約60重量%～約95重量%、トナーの約65重量%～約90重量%、またはトナーの約75重量%～約85重量%の量で様々な総量の樹脂を含有し得る。

【0034】

添加剤

本開示のトナーは、トナーの特性を向上させるために、様々な添加剤をさらに含有し得る。電荷添加剤は、例えば、トナーの約0.1重量%～約10重量%、またはトナーの約0.5重量%～約7重量%の量で存在し得る。好適な電荷添加剤としては、アルキルピリジニウムハライド、重硫酸塩、米国特許第3,944,493号、同第4,007,293号、同第4,079,014号、同第4,394,430号、および同第4,560,635号の電荷制御添加剤であって、それらの各々の全体的な開示が、参照によりそれらの全体が本明細書に組み込まれる、電荷制御添加剤、アルミニウム錯体のような負電荷増強添加剤、任意の他の電荷添加剤、それらの混合物などが挙げられる。

30

【0035】

本開示のトナーは、表面添加剤を含有し得る。洗浄または乾燥後にトナー粒子に添加することができる表面添加剤には、例えば、金属塩、脂肪酸の金属塩、コロイド状シリカ、金属酸化物、チタン酸ストロンチウム、それらの混合物などが含まれ、これらは各々、トナーの約0.1重量%～約10重量%またはトナーの約0.5重量%～約7重量%の量で存在し得る。そのような添加剤の例には、例えば、米国特許第3,590,000号、同第3,720,617号、同第3,655,374号、および同第3,983,045号に開示されているものが含まれ、これら各々の開示は、参照によりそれらの全体が本明細書に組み込まれる。他の添加剤には、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)が含まれる。米国特許第6,190,815号および同第6,004,714号の被覆シリカはまた、それらの各々の開示が、参照によりそれらの全体が本明細書に組み込まれ、例えば、トナーの約0.05重量%～約5重量%、またはトナーの約0.1重量%～約2重量%の量で選択され得、この添加剤は、凝集プロセスの間に添加され得るか、または形成されたトナー粒子中にブレンドされ得る。

40

【0036】

50

トナー特性

実施形態では、外面添加剤を除いた乾式トナーの粒子は、以下の特性を有する。

【0037】

(1) 約 $4\ \mu\text{m}$ ~ 約 $10\ \mu\text{m}$ 、約 $5\ \mu\text{m}$ ~ 約 $9\ \mu\text{m}$ 、または約 $6\ \mu\text{m}$ ~ 約 $8\ \mu\text{m}$ の体積平均粒径。

【0038】

(2) 約 0.9 ~ 約 1.0 、約 0.92 ~ 約 0.99 、または約 0.95 ~ 約 0.98 の円形度。

【0039】

(3) 約 40 ~ 60 、約 42 ~ 58 、または約 45 ~ 約 55 のガラス転移温度 (T_g)。

【0040】

これらの特性は、以下のようにして決定することができる。体積平均粒径は、製造者の指示に従って操作される Beckman Coulter Multisizer 3 によって測定することができる。代表的なサンプリングは、以下のようにして行い得る。少量のトナーサンプル、約 $1\ \text{g}$ を得て、 $25\ \mu\text{m}$ のスクリーンを通してろ過し、次にサンプルを約 10% の濃度になるように等張液中加入し、次に Beckman Coulter Multisizer 3 にかける。円形度は、FPIA Sysmex 3000 を使用して決定され得る。 T_g は、DSC を使用して決定され得る。

【0041】

上述のように、本開示のトナーは、例えば、関連する比較用トナーと比較して、削減された UFP 排出を示すトナーである。UFP 排出は、 T_{UFP} 開始値 (粒子数がゼロより上に上昇し始める温度) および PER_{10} 値 (電子写真印刷装置の 10 分の印刷段階で排出された超微粒子の総数) のうちの 1 つ以上によって定量化され得る。これらの両方の値の測定を、以下の実施例に詳細に説明する。加えて、「測定された T_{UFP} 開始値」および「測定された PER_{10} 値」への言及は、以下の実施例に説明されるような測定を意味する。

【0042】

本開示のトナーは、所定の T_{UFP} 開始値および / または所定の PER_{10} 値を達成するように (例えば、ワックスの種類 / 量の選択によって) 設計され得る。実施形態では、所定の T_{UFP} 開始値は、少なくとも 165 、少なくとも 170 、または少なくとも 175 である。トナーの測定された T_{UFP} 開始値は、概して、所定の T_{UFP} 開始値と等しいが、所定の T_{UFP} 開始値よりも高くてもよい。本開示のトナーは、それらの関連する比較用トナーのものよりも高い、測定された T_{UFP} 開始値を特徴とする。実施形態では、トナーは、その関連する比較用トナーよりも、少なくとも 10 、少なくとも 13 、または少なくとも 16 高い測定された T_{UFP} 開始値を特徴とする。

【0043】

実施形態では、所定の PER_{10} 値は、 3×10^{10} 粒子 / cm^3 以下、 7×10^{10} 粒子 / cm^3 以下、または 1×10^{11} 粒子 / cm^3 以下である。トナーの測定された PER_{10} 値は、概して、所定の PER_{10} 値と等しいが、所定の PER_{10} 値よりも低くてもよい。本開示のトナーはまた、それらに関連する比較用トナーのものよりも小さい測定された PER_{10} 値を特徴とする。実施形態では、トナーは、その関連する比較用トナーよりも、少なくとも 2 倍低い、少なくとも 3 倍低い、または少なくとも 5 倍低い、測定された PER_{10} 値を特徴とする。

【0044】

本開示のトナーは、それらの関連する比較用トナーと比較して、より高い (より低い) 測定された T_{UFP} 開始値 (PER_{10} 値) を示すが、少なくとも実施形態では、トナーおよびそれらの関連する比較用トナーは、最小定着温度 (MFT) およびホットオフセット温度 (HOT) のうちの 1 つ以上によって反映されるものと同じ定着性能を示す。これらの特性は、以下の実施例に説明される技術により測定され得る。「同じ」とは、トナ

10

20

30

40

50

ーおよびそれらの関連する比較用トナーの測定された値が、互いの少なくとも $\pm 8\%$ 、少なくとも $\pm 6\%$ 、少なくとも $\pm 4\%$ 以内であることを意味する。実施形態では、外面添加剤を含むトナーは、145 ~ 156、150 ~ 156、または152 ~ 155の範囲のMFTを示す。実施形態では、外添剤を含むトナーは、195を超えるHOTを示す。

【0045】

現像剤および担体

本開示のトナーは、現像剤組成物に配合され得る。現像剤組成物は、本開示のトナーを、スチール、フェライトなどの被覆担体を含む既知の担体粒子と混合することによって調製され得る。そのような担体としては、米国特許第4,937,166号および同第4,935,326号に開示されているものが含まれ、それらの各々の全体的な開示は、参照により本明細書に組み込まれる。担体は、トナーの約2重量%~約8重量%またはトナーの約4重量%~約6重量%存在し得る。担体粒子はまた、導電性カーボンブラックのような導電性成分を内部に分散させた、ポリメチルメタクリレート(PMMA)などのポリマー被覆をその上に有するコアを含み得る。担体被覆としては、メチルシルセスキオキサンなどのシリコーン樹脂、ポリビニリデンフルオライドなどのフルオロポリマー、ポリビニルジフルオライドおよびアクリルなどの帯電列に近接していない樹脂の混合物、アクリルなどの熱硬化性樹脂、それらの混合物、および他の既知の成分などが挙げられる。

【0046】

撮像

本開示のトナーは、様々な電子写真印刷装置を使用する様々な電子写真印刷プロセスにおいて使用することができる。例証のために、電子写真印刷プロセスは、帯電成分、撮像成分、光導電性成分、現像成分、転写成分、および定着成分を含む電子写真印刷装置を用いて画像を形成することを含み得る。実施形態では、現像成分は、担体を、本明細書で説明されるトナーのうちのいずれかと混合することによって調製された現像剤を含み得る。電子写真印刷装置は、高速プリンタ、白黒高速プリンタ、カラープリンタなどを含み得る。

【0047】

好適な画像現像方法(例えば、磁気ブラシ現像、飛び散り単一成分現像、ハイブリッド無掃除現像(HSD)など)を使用して画像が形成されると、次に、画像を紙などの画像受容媒体に転写し得る。実施形態では、定着器ロール部材を利用することによって画像を現像する際に、トナーのうちのいずれも使用することができる。定着器ロール部材は、当業者の知識の範囲内にある接触定着装置であり、ロールからの熱および圧力を使用して、トナーを画像受容媒体に定着させることができる。実施形態では、定着器部材は、画像受容基材上に融解した後または融解する間、トナーの定着温度よりも高い温度、例えば、約70 ~ 約160、約80 ~ 約150、または約90 ~ 約140の温度に加熱され得る。

【0048】

以下の実施例は、本開示の様々な種をさらに定義するために提出されている。これらの実施例は、例証に過ぎないことを意図し、本開示の範囲を限定することを意図していない。また、部分およびパーセンテージは、特に指示がない限り、重量によるものである。本明細書で使用される場合、「室温」とは、約20 ~ 約25の温度を指す。

【0049】

以下の実施例1~5に説明されるように、5つのトナーを調製した。各場合で、Beckman Coulter Multisizer IIIを使用して粒子サイズを決定し、FPIA Sysmex 3000を使用して円形度を決定した。

【0050】

実施例1

乳化凝集プロセスによって、トナーを調製した。反応器には、最初に、29.6kgの脱イオン水、ラテックス乳剤中の13.4kgのスチレン ブチルアクリレート樹脂、0

10

20

30

40

50

・ 71 kg のシアン顔料分散液、および 1.36 kg のカーボンブラック顔料分散液が充填された。反応器の内容物を混合し、次に、4.17 kg のパラフィンワックス ($T_m = 75$) の分散液およびポリ塩化アルミニウム凝集剤を有する 1.39 kg の酸溶液を反応器に添加した。ワックス分散液を、均質化ループを通して添加して、より大きな凝集体がより小さなサイズの粒子に分解されることを確実にした。ワックス分散剤および凝集剤溶液を反応器に添加した後、反応器中の成分のうちの全てを、10 分間または分散液中の粒子のサイズが $3 \mu m$ 未満になるまで均質化した。平均凝集体サイズが $6.9 \mu m$ に到達するまで、混合物をおよそ 110 分間凝集させた。プレシエル凝集体が $6.9 \mu m$ の平均粒径に到達した後、シェル樹脂 (ラテックス乳剤中の追加の 7.69 kg のスチレン ブチルアクリレート樹脂) を混合物に添加した。最終標的サイズに達成すると、スラリーが約 5.5 の pH に到達するまで、水酸化ナトリウムの添加によって、粒子の成長を停止させた。次に、バッチ標的溫度を 96 に上昇させた。スラリーが 80 の溫度に到達したら、硝酸を 5.0 の pH に到達するまで添加した。バッチが 96 に到達したら、スラリーの溫度を維持し、粒子の円形度を経時的に観察した。円形度が 0.958 の標的値に到達したら、水酸化ナトリウムを添加することによって、スラリーの pH の標的値を 6.3 に調整した。 96 で 3 時間後、スラリーの溫度を、 0.6 / 分の速度で 53 に下げた。スラリーの溫度が 53 に到達したら、スラリーの pH が 8.8 の値に到達するまで、水酸化ナトリウムの添加によって、その pH を調整した。所望のサイズおよび円形度を有する粒子を含有するスラリーを作製した後、スラリーを、下流操作と呼ばれる一連のステップにかけた。これらの操作には、反応器内の高温により形成され得る特大の粒子を除去するためにスラリーを篩い分けすることと、粒子を洗浄して望ましくない帯電特性を与え得る界面活性剤または他のイオン種を除去することと、粒子を乾燥させることによって過剰な湿気を除去することと、が含まれた。次に、乾燥粒子を、様々な表面添加剤とブレンドして、トナーの所望の帯電特性を付与した。

10

20

30

40

50

【0051】

実施例 2

乳化凝集プロセスによって、トナーを調製した。反応器には、最初に、29.6 kg の脱イオン水、ラテックス乳剤中の 14.0 kg のスチレン ブチルアクリレート樹脂、0.71 kg のシアン顔料分散液、および 1.36 kg のカーボンブラック顔料分散液が充填された。反応器の内容物を混合し、次に、3.33 kg のパラフィンワックス ($T_m = 75$) の分散液およびポリ塩化アルミニウム凝集剤を有する 1.39 kg の酸溶液を反応器に添加した。ワックス分散液を、均質化ループを通して添加して、より大きな凝集体がより小さなサイズの粒子に分解されることを確実にした。ワックス分散剤および凝集剤溶液を反応器に添加した後、反応器中の成分のうちの全てを、10 分間または分散液中の粒子のサイズが $3 \mu m$ 未満になるまで均質化した。平均凝集体サイズが $6.9 \mu m$ に到達するまで、混合物をおよそ 110 分間凝集させた。プレシエル凝集体が $6.9 \mu m$ の平均粒径に到達した後、シェル樹脂 (ラテックス乳剤中の追加の 7.69 kg のスチレン ブチルアクリレート樹脂) を混合物に添加した。最終標的サイズに達成すると、スラリーが約 5.5 の pH に到達するまで、水酸化ナトリウムの添加によって、粒子の成長を停止させた。次に、バッチ標的溫度を 96 に上昇させた。スラリーが 80 の溫度に到達したら、硝酸を 5.0 の pH に到達するまで添加した。バッチが 96 に到達したら、スラリーの溫度を維持し、粒子の円形度を経時的に観察した。円形度が 0.958 の標的値に到達したら、水酸化ナトリウムを添加することによって、スラリーの pH の標的値を 6.3 に調整した。 96 で 3 時間後、スラリーの溫度を、 0.6 / 分の速度で 53 に下げた。スラリーの溫度が 53 に到達したら、スラリーの pH が 8.8 の値に到達するまで、水酸化ナトリウムの添加によって、その pH を調整した。所望のサイズおよび円形度を有する粒子を含有するスラリーを作製した後、スラリーを、下流操作と呼ばれる一連のステップにかけた。これらの操作には、反応器内の高温により形成され得る特大の粒子を除去するためにスラリーを篩い分けすることと、粒子を洗浄して望ましくない帯電特性を与え得る界面活性剤または他のイオン種を除去することと、粒子を乾燥させることによって

過剰な湿気を除去することと、が含まれた。次に、乾燥粒子を、様々な表面添加剤とブレンドして、トナーの所望の帯電特性を付与した。使用される表面添加剤は、実施例 1 で使用されたものと同じであった。

【0052】

実施例 3

乳化凝集プロセスによって、トナー粒子を調製した。反応器には、最初に、29.3 kg の脱イオン水、ラテックス乳剤中の 13.4 kg のスチレン ブチルアクリレート樹脂、0.71 kg のシアン顔料分散液、および 1.36 kg のカーボンブラック顔料分散液が充填された。反応器の内容物を混合し、次に、4.31 kg のポリメチレンワックス ($T_m = 92$) の分散液とポリ塩化アルミニウム凝集剤を有する 1.39 kg の酸溶液を反応器に添加した。ワックス分散液を、均質化ループを通して添加して、より大きな凝集体がより小さなサイズの粒子に分解されることを確実にした。ワックス分散剤および凝集剤溶液を反応器に添加した後、反応器中の成分のうちの全てを、10 分間または分散液中の粒子のサイズが 3 μm 未満になるまで均質化した。平均凝集体サイズが 6.9 μm に到達するまで、混合物をおよそ 110 分間凝集させた。プレシエル凝集体が 6.9 μm の平均粒径に到達した後、シェル樹脂 (ラテックス乳剤中の追加の 7.69 kg のスチレン ブチルアクリレート樹脂) を混合物に添加した。最終標的サイズに達成すると、スラリーが約 5.5 の pH に到達するまで、水酸化ナトリウムの添加によって、粒子の成長を停止させた。次に、バッチ標的溫度を 96 に上昇させた。スラリーが 80 の溫度に到達したら、硝酸を 5.0 の pH に到達するまで添加した。バッチが 96 に到達したら、スラリーの溫度を維持し、粒子の円形度を経時的に観察した。円形度が 0.958 の標的値に到達したら、水酸化ナトリウムを添加することによって、スラリーの pH の標的値を 6.3 に調整した。96 で 3 時間後、スラリーの溫度を、0.6 / 分の速度で 53 に下げた。スラリーの溫度が 53 に到達したら、スラリーの pH が 8.8 の値に到達するまで、水酸化ナトリウムの添加によって、その pH を調整した。所望のサイズおよび円形度を有する粒子を含有するスラリーを作製した後、スラリーを、下流操作と呼ばれる一連のステップにかけた。これらの操作には、反応器内の高温により形成され得る特大の粒子を除去するためにスラリーを篩い分けすることと、粒子を洗浄して望ましくない帯電特性を与え得る界面活性剤または他のイオン種を除去することと、粒子を乾燥させることによって過剰な湿気を除去することと、が含まれた。次に、乾燥粒子を、様々な表面添加剤とブレンドして、トナーの所望の帯電特性を付与した。使用される表面添加剤は、実施例 1 で使用されたものと同じであった。

【0053】

実施例 4

乳化凝集プロセスによって、トナーを調製した。反応器には、最初に、29.5 kg の脱イオン水、ラテックス乳剤中の 13.4 kg のスチレン ブチルアクリレート樹脂、0.71 kg のシアン顔料分散液、および 1.36 kg のカーボンブラック顔料分散液が充填された。反応器の内容物を混合し、次に、3.44 kg のポリメチレンワックス ($T_m = 92$) の分散液およびポリ塩化アルミニウム凝集剤を有する 1.39 kg の酸溶液を反応器に添加した。ワックス分散液を、均質化ループを通して添加して、より大きな凝集体がより小さなサイズの粒子に分解されることを確実にした。ワックス分散剤および凝集剤溶液を反応器に添加した後、反応器中の成分のうちの全てを、10 分間または分散液中の粒子のサイズが 3 μm 未満になるまで均質化した。平均凝集体サイズが 6.9 μm に到達するまで、混合物をおよそ 110 分間凝集させた。プレシエル凝集体が 6.9 μm の平均粒径に到達した後、シェル樹脂 (ラテックス乳剤中の追加の 7.69 kg のスチレン ブチルアクリレート樹脂) を混合物に添加した。最終標的サイズに達成すると、スラリーが約 5.5 の pH に到達するまで、水酸化ナトリウムの添加によって、粒子の成長を停止させた。次に、バッチ標的溫度を 96 に上昇させた。スラリーが 80 の溫度に到達したら、硝酸を 5.0 の pH に到達するまで添加した。バッチが 96 に到達したら、スラリーの溫度を維持し、粒子の円形度を経時的に観察した。円形度が 0.958 の標的値に

到達したら、水酸化ナトリウムを添加することによって、スラリーのpHの標的値を6.3に調整した。96で3時間後、スラリーの温度を、0.6/分の速度で53に下げた。スラリーの温度が53に到達したら、スラリーのpHが8.8の値に到達するまで、水酸化ナトリウムの添加によって、そのpHを調整した。所望のサイズおよび円形度を有する粒子を含有するスラリーを作製した後、スラリーを、下流操作と呼ばれる一連のステップにかけた。これらの操作には、反応器内の高温により形成され得る特大の粒子を除去するためにスラリーを篩い分けすることと、粒子を洗浄して望ましくない帯電特性を与え得る界面活性剤または他のイオン種を除去することと、粒子を乾燥させることによって過剰な湿気を除去することと、が含まれた。次に、乾燥粒子を、様々な表面添加剤とブレンドして、トナーの所望の帯電特性を付与した。使用される表面添加剤は、実施例1で使用されたものと同じであった。

10

【0054】

実施例5

乳化凝集プロセスによって、無ワックストナーを調製した。反応器には、最初に、29.6kgの脱イオン水、ラテックス乳剤中の16.8kgのスチレン ブチルアクリレート樹脂、0.71kgのシアン顔料分散液、および1.36kgのカーボンブラック顔料分散液が充填された。反応器の内容物を混合し、次に、ポリ塩化アルミニウム凝集剤を有する1.39kgの酸溶液を反応器に添加した。凝集剤溶液を反応器に添加した後、反応器中の成分のうちの全てを、10分間または分散液中の粒子のサイズが3μm未満になるまで均質化した。平均凝集体サイズが6.9μmに到達するまで、混合物をおよそ110分間凝集させた。プレシエル凝集体が6.9μmの平均粒径に到達した後、シェル樹脂（ラテックス乳剤中の追加の7.69kgのスチレン ブチルアクリレート樹脂）を混合物に添加した。最終標的サイズに達成すると、スラリーが約5.5のpHに到達するまで、水酸化ナトリウムの添加によって、粒子の成長を停止させた。次に、バッチ標的温度を96に上昇させた。スラリーが80の温度に到達したら、硝酸を5.0のpHに到達するまで添加した。バッチが96に到達したら、スラリーの温度を維持し、粒子の円形度を経時的に観察した。円形度が0.958の標的値に到達したら、水酸化ナトリウムを添加することによって、スラリーのpHの標的値を6.3に調整した。96で3時間後、スラリーの温度を、0.6/分の速度で53に下げた。スラリーの温度が53に到達したら、スラリーのpHが8.8の値に到達するまで、水酸化ナトリウムの添加によって、そのpHを調整した。所望のサイズおよび円形度を有する粒子を含有するスラリーを作製した後、スラリーを、下流操作と呼ばれる一連のステップにかけた。これらの操作には、反応器内の高温により形成され得る特大の粒子を除去するためにスラリーを篩い分けすることと、粒子を洗浄して望ましくない帯電特性を与え得る界面活性剤または他のイオン種を除去することと、粒子を乾燥させることによって過剰な湿気を除去することと、が含まれた。次に、乾燥粒子を、様々な表面添加剤とブレンドして、トナーの所望の帯電特性を付与した。使用される表面添加剤は、実施例1で使用されたものと同じであった。

20

30

【0055】

実施例1～5のトナー配合物を以下の表1に要約する。

【0056】

40

【表 1】

表 1. トナー配合物。

トナー配合物	ワックスの種類	ワックスの量 (トナーの重量%)
実施例 1	パラフィン ($T_m 75^\circ\text{C}$)	11.28
実施例 2	パラフィン ($T_m 75^\circ\text{C}$)	9.00
実施例 3	ポリメチレン ($T_m 92^\circ\text{C}$)	11.28
実施例 4	ポリメチレン ($T_m 92^\circ\text{C}$)	9.00
実施例 5	-	-

10

【0057】

ベンチスケール超微粒子 (UFP) 試験

実施例 1 ~ 5 により作製されたトナーからの UFP 排出速度を、製造者の指示により操作される TSI によって製造された P T R a k 超微粒子分析器を使用して測定した。全てのトナー調製に同じ手順を使用した。100 グラムのトナーを、ガラスバイアルに入れ、散布管を上部に取り付けた。加熱ブロックを、加熱ブロック温度を測定する温度計を備えたホットプレート上に置いた。ホットプレートの電源を入れ、温度ダイヤルを公称値に設定して、加熱ブロックの温度上昇速度を制御した。加熱ブロックの温度が 80 に到達したら、バイアルをブロック内に挿入して、トナーサンプルが融解することを可能にした。温度が 90 に到達したら、粒子計数器を、トナーサンプルを含有するガラスバイアルの頂部にある散布管の出口に接続した。温度が 100 に到達したら、タイマーをスタートさせ、温度が 200 に到達するまで、装置からの粒子数の読み取りを 4 間隔で行った。粒子数および温度データを使用して、図 1 のプロットを生成した。表面添加剤と共にブレンドされたトナーおよび表面添加剤と共にブレンドされないトナーの両方を試験した。表面添加剤の存在は、結果に有意な影響を及ぼさなかった。

20

【0058】

図 1 に示すように、より低い温度では、粒子数は低い。温度が上昇すると、粒子数は増加し始め、最大に到達する。粒子数がゼロより上に上昇し始める温度は、UFP 開始温度 ($T_{UFP \text{ 開始}}$) と呼ばれる。トナーに依存して、 $T_{UFP \text{ 開始}}$ は変化し得る。その結果、異なるトナーの曲線は、互いに対してシフトされる。より高い温度にシフトされた曲線 (すなわち、 $T_{UFP \text{ 開始}}$ のより高い値) は、これが同じ設定条件下で比較的高い温度で UFP が放出されることを意味するので望ましい。換言すれば、同じ定着器温度では、より高い $T_{UFP \text{ 開始}}$ および右シフト曲線を有するトナーは、より低い UFP を排出する。

30

【0059】

図 1 に示されるように、無ワックストナー (実施例 5) は、最も高い $T_{UFP \text{ 開始}}$ を有する。換言すれば、このトナーは、任意の所与の温度で最も低い UFP を排出する。実施例 3 および 4 (ポリメチレンワックスを有する) の両方が、実施例 1 および 2 のもの (パラフィンワックスを有する) よりも高い $T_{UFP \text{ 開始}}$ を有する。したがって、パラフィンワックスの代わりにより高い T_m のポリメチレンワックスを使用することにより、UFP の全体的な排出が低下する。両方のワックスについて、より低い濃度 (9.00% 対 11.28%) を使用すると、 $T_{UFP \text{ 開始}}$ がわずかに改善 (すなわち、増加) する。このデータから、11.28% のパラフィンを有するトナーと比較して、9.00% のポリメチレンワックスを有するトナーは、UFP 性能において最大の改善を示すことが明らかである。

40

【0060】

機械超微粒子 (UFP) 試験

50

実施例 1 および実施例 4 のトナーからの超微粒子排出速度を、現在実施例 1 のトナーを使用している電子写真印刷装置で実施した後に評価した。電子写真印刷装置は、毎分 50 枚の印刷で動作するモノクロ印刷装置であった。試験手順および PER_{10} の決定 (10 分の印刷段階で放出された総 UFP 粒子) は、The Blue Angel (特定の環境基準を満たす製品のドイツ認定) によって説明されたものに従っている。その全体が参照により本明細書に組み込まれる、M. Barthelら、「Measurement of Fine and Ultrafine Particles from Office Devices during Printing in order to Develop a Test Method for the Blue Angel Ecolabel for Office-Based Printing Devices,」Texte 75 / 2013、Umweltbundesamt、August 2013 を参照されたい。しかしながら、試験手順は以下の表 2 に要約され、 PER_{10} の決定の要約が直ちに続く。

【0061】

【表 2】

表 2. 機械 UFP 試験の試験手順。

ステップ番号	説明
1	電子写真印刷装置の電源を入れる。
2	試験を開始する前に、少なくとも 10 分間、一定速度でチャンバを通して N_2 ガスを流す。
3	P - TR a k 超微粒子分析器を、印刷装置のチャンバ出口ポートに接続する。
4	印刷前段階 (時間 = 0) を開始し、5 分間継続する。印刷装置が待機モードである間、1 分間隔で粒子数を記録する。10 秒間にわたり測定された平均粒子数は、計器によって報告される。
5	500 枚の片面印刷を命令することによって、最初の 5 分の終了時に印刷段階を開始する。印刷段階の間、機械の運転中に 1 分間隔で粒子数を記録する。500 枚の片面印刷の印刷段階は、9 分間継続する。この段階中、粒子数は増加し、最大に到達する。注：印刷に使用されるフォーマットは、5% の面積を有する。
6	最後のコピーが印刷された後、印刷後段階を開始する。印刷後 30 ~ 40 分間、1 分間隔で粒子数の記録を継続する。この時間の間、粒子数は、直線的に減衰する。
7	PER_{10} (10 分の印刷段階で放出された総 UFP 粒子) を決定する。

【0062】

PER_{10} の決定の要約は以下の通りである。排出試験チャンバ内のエアロゾル (すなわち、排出された超微粒子) のモデル化は、良好な近似で単純化された条件を仮定することができる。主な測定は、特定された粒子サイズ範囲内の累積粒子数濃度 $C_p(t)$ である。 $C_p(t)$ の絶対的なレベルおよびダイナミクスは、本質的に、以下の要因：印刷装置の供給源強度、チャンバサイズ、およびチャンバ内の粒子損失によって、主に空気交換

速度を通して決定される。

【 0 0 6 3 】

印刷装置の供給源強度は、その特定の製品特徴および印刷動作（長さ、ページ数、および印刷モード）によって影響される。異なる装置に特異的な印刷動作について、製品の比較には、印刷動作の長さ、印刷ページ数、または他のベンチマークの標準化が必要である。チャンバのサイズは、どの濃度範囲が検出限界 $C_p(t)$ 内で測定されるべきかを決定する。

【 0 0 6 4 】

チャンバ内の粒子損失は、ある種類のチャンバ応答関数を調整することによって、粒子損失速度 によって説明することができる。

10

【 0 0 6 5 】

【数 1】

$$R(t) \propto e^{-\beta t} \quad \text{式1}$$

【 0 0 6 6 】

排出終了後の $C_p(t)$ に変換する。供給源強度は、速度 $PER(t)$ （単位時間当たりに排出される粒子）として計算することができる。 $C_p(t)$ および $PER(t)$ は、応答関数 $R(t)$ を含む、畳み込み積分を介してリンクされる。

【 0 0 6 7 】

【数 2】

20

$$C_p(t) = \int_{t=0}^{t=\tau} PER(t) \cdot R(t-\tau) d\tau \quad \text{式2}$$

【 0 0 6 8 】

応答関数が上述の単純な形式を有する場合、速度 $PER(t)$ は、畳み込み積分をデコンボリューションすることによって、[粒子 / 単位時間] で分析的に決定することができる。時間微分は、数値的に決定することができる。

【 0 0 6 9 】

【数 3】

30

$$PER(t) = V_{ch} \cdot \left(\frac{dC_p(t)}{dt} - \beta \cdot C_p(t) \right) \quad \text{式3}$$

$$PER(t) = V_{ch} \cdot \left(\frac{C_p(t) - C_p(t-\Delta t) \cdot \exp(-\beta \Delta t)}{\Delta t \cdot \exp(-\beta \Delta t)} \right) \quad \text{式3 a}$$

【 0 0 7 0 】

式 (3) および (3 a) は、数学的に等価であり、チャンバ体積 V_{ch} および $C_p(t)$ のような既知量のみを含む。式 3 a において、 Δt は、連続する 2 つのデータ点間の時間差である。 $PER(t)$ と体積補正との積分によって、印刷動作中に排出された粒子の総数 TP が得られる。

40

【 0 0 7 1 】

【数 4】

$$TP = \int_{t_{start}}^{t_{stop}} PER(t) dt \quad \text{式4}$$

【 0 0 7 2 】

時間 t_{start} は、印刷段階の開始をマークし、時間 t_{stop} は、排出速度の低下を、ゼロまたは選択可能な限界未満にマークする。 TP 値は、点 t_{stop} における TP 対時間の積分曲線から採取されることができ、または式 4 により数値的に計算することができる。

50

【0073】

粒子排出の終了 $t_{s\ t\ p}$ は、印刷動作の終了と常には同じではないが、TPの計算前の粒子排出速度 $PER(t)$ の曲線から決定されなければならない。排出時間は、差

$$\frac{t_{s\ t\ p} - t_{s\ t\ a\ r\ t}}{t_{s\ t\ p} - t_{s\ t\ a\ r\ t}} \quad \text{式5}$$

【0074】

TPは、粒子状物質の排出の定量分析のベンチマークを提供する。TPは、ベンチマーク $TP/pp[]$ (pp は印刷ページを表す) を定義する印刷ページ数に関連し得る。ベンチマークの代替的な定義も可能である。例えば、印刷動作の標準的な長さ10分を基準として使用して、平均排出速度 PER_{10} [粒子/10分] を特定することができる。

【0075】

【数5】

$$PER_{10} = TP \cdot \frac{10}{t_{print} [\text{分}]} \quad \text{式6}$$

【0076】

式6において、 t_{print} [分] は、印刷動作の実際の持続時間を表す。

【0077】

実施例1および実施例4のトナーの機械UFP試験の結果を以下の表3に示す。

【0078】

【表3】

表3. 機械UFP試験の結果。

トナー	PER ₁₀		
	再現1	再現2	平均
実施例1	3.71×10^{11}	1.59×10^{11}	2.65×10^{11}
実施例4	6.25×10^{10}	3.78×10^{10}	5.01×10^{10}

【0079】

表3の結果は、パラフィンワックス ($T_m = 75$) の代替として低濃度でポリメチレンワックス ($T_m = 92$) を使用することによって、電子写真印刷装置からのUFPの排出を有意に抑制することができる (この場合、平均係数5.3で) ことを示している。

【0080】

トナーの定着性能も評価し、具体的には、トナーの最小定着温度 (MFT) およびホットオフセット温度 (HOT) を決定した。MFT測定は、テープ剥離法を使用して行われた。この方法を使用する場合、画像は異なる温度で基材上に定着され、画像濃度が測定される。1枚のテープを様々な画像の特定の場所に置き、その後剥離する。テープを剥離した領域の画像濃度を測定する。MFTは、テープを剥離した後とテープを剥離する前との画像濃度の比が0.90である最低温度として決定される。実施例1のMFTは、145

であり、実施例2のMFTは、149であり、実施例3のMFTは、154であり、実施例4のMFTは、155であった。ホットオフセット温度 (HOT) は、定着器ロールを汚染したトナーが紙に転写されることがわかる温度である。それを観察するために、定着された画像を印刷した直後に、定着器を通して、1枚の白紙である追跡シートを送る。画像オフセットが特定の定着器温度で白紙の追跡シート上に認められた場合、これが、ホットオフセット温度である。実施例1~4のトナーは、195を超えるHOTを示し、印刷装置の定着器の温度範囲 (140 ~ 195) にわたってホットオフセットを示さなかった。

10

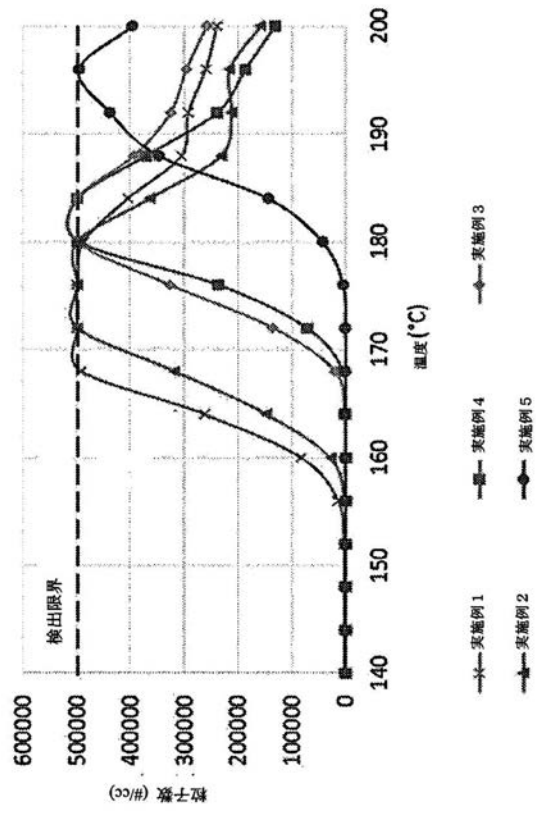
20

30

40

50

【図 1】



フロントページの続き

(72)発明者 ユアン・エイ・モラレス - ティラド

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 4 6 7 ヘンリエッタ ブランチブルック・ドライブ 9
6

(72)発明者 グラジナ・イー・クミエシク - ラブリノビッチ

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 4 5 0 フェアポート ウィンディング・ブルック・ドラ
イブ 1 4

(72)発明者 ダニエル・ダブリュ・アサレス

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 4 7 2 ハニーオアイ・フォールズ ランニング・ロード
2 0 8

(72)発明者 ジョーダン・エイ・フランク

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 5 8 6 ウェスト・ヘンリエッタ ファレル・ロード・エ
クステンション 3 5 4

F ターム(参考) 2H500 AA01 AA08 CA03 CA05 CA30 EA13C EA42C EA60A EA66A