

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載
 【部門区分】第 6 部門第 2 区分
 【発行日】令和 3 年 7 月 26 日 (2021.7.26)

【公開番号】特開 2020-3717 (P2020-3717A)
 【公開日】令和 2 年 1 月 9 日 (2020.1.9)
 【年通号数】公開・登録公報 2020-001
 【出願番号】特願 2018-124969 (P2018-124969)
 【国際特許分類】

G 0 3 G 9/08 (2006.01)

G 0 3 G 9/087 (2006.01)

【F I】

G 0 3 G 9/08 3 8 1

G 0 3 G 9/087 3 3 1

G 0 3 G 9/087 3 2 5

【手続補正書】
 【提出日】令和 3 年 5 月 24 日 (2021.5.24)
 【手続補正 1】
 【補正対象書類名】特許請求の範囲
 【補正対象項目名】全文
 【補正方法】変更
 【補正の内容】
 【特許請求の範囲】
 【請求項 1】

複合樹脂 A 及び結晶性ポリエステル樹脂 C を同一又は異なる樹脂粒子中に含む樹脂粒子 X と、オキサゾリン基含有重合体とを混合し、前記結晶性ポリエステル樹脂 C の融点以上の温度で加熱し、架橋樹脂粒子 X C を得る工程、

前記架橋樹脂粒子 X C を水系媒体中で凝集させて凝集粒子を得る工程、及び、

得られた前記凝集粒子を、前記結晶性ポリエステル樹脂 C の融点よりも 10 低い温度以上の温度で融着させる工程を含み、

前記複合樹脂 A が、アルコール成分及びカルボン酸成分の重縮合物であるポリエステル樹脂セグメントと、スチレン系化合物を含む原料モノマーの付加重合物であるビニル系樹脂セグメントとを含み、

前記オキサゾリン基含有重合体の添加量が、前記複合樹脂 A 及び前記結晶性ポリエステル樹脂 C 中の酸基のモル数に対する前記オキサゾリン基含有重合体のオキサゾリン基のモル数 (O x z 当量) として、0.02 当量以上である、静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項 2】

前記凝集粒子を得る工程において、前記架橋樹脂粒子 X C を水系媒体中で凝集させた後に、更に、非晶性ポリエステル系樹脂 B を含む樹脂粒子 Y を凝集粒子に付着させて凝集粒子を得る、請求項 1 に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項 3】

前記融着させる工程において、前記結晶性ポリエステル樹脂 C の融点よりも 10 低い温度以上の温度で、1.5 時間以上 6 時間以下保持する、請求項 1 又は 2 に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項 4】

前記樹脂粒子 X 中の前記結晶性ポリエステル樹脂 C と前記複合樹脂 A との質量比〔結晶性ポリエステル樹脂 C / 複合樹脂 A〕が、15 / 85 以上 60 / 40 以下である、請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項 5】

前記オキサゾリン基含有重合体の添加量が、前記複合樹脂 A 及び前記結晶性ポリエステル樹脂 C 中の酸基のモル数に対する前記オキサゾリン基含有重合体のオキサゾリン基のモル数 ($O \times z$ 当量) として、 0.02 当量以上 0.55 当量以下である、請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項 6】

前記オキサゾリン基含有重合体の添加量が、前記複合樹脂 A 及び前記結晶性ポリエステル樹脂 C の合計量 100 質量部に対して、 0.1 質量部以上 2.5 質量部以下である、請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項 7】

前記結晶性ポリエステル樹脂 C が、 、 - 脂肪族ジオールを含むアルコール成分と、脂肪族ジカルボン酸を含むカルボン酸成分との重縮合物である、請求項 1 ~ 6 のいずれかに記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0008】

本発明者はこのような課題を解決するため、凝集前の樹脂粒子 X をオキサゾリン基含有重合体と混合及び加熱し、更に凝集後の融着温度を所定範囲とすることで、低温定着性に優れ、且つ、帯電性能維持率に優れる静電荷像現像用トナーが得られることを見出した。

本発明は、複合樹脂 A 及び結晶性ポリエステル樹脂 C を同一又は異なる樹脂粒子中に含む樹脂粒子 X と、オキサゾリン基含有重合体とを混合し、結晶性ポリエステル樹脂 C の融点以上の温度で加熱し、架橋樹脂粒子 X C を得る工程、

前記架橋樹脂粒子 X C を水系媒体中で凝集させて凝集粒子を得る工程、及び、

得られた前記凝集粒子を、前記結晶性ポリエステル樹脂 C の融点よりも 10 低い温度以上の温度で融着させる工程を含み、

前記複合樹脂 A が、アルコール成分及びカルボン酸成分の重縮合物であるポリエステル樹脂セグメントと、スチレン系化合物を含む原料モノマーの付加重合物であるビニル系樹脂セグメントとを含み、

前記オキサゾリン基含有重合体の添加量が、前記複合樹脂 A 及び前記結晶性ポリエステル樹脂 C 中の酸基のモル数に対する前記オキサゾリン基含有重合体のオキサゾリン基のモル数 ($O \times z$ 当量) として、 0.02 当量以上である、静電荷像現像用トナーの製造方法に関する。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0010

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0010】

[静電荷像現像用トナーの製造方法]

本発明の静電荷像現像用トナー（以下、単に「トナー」ともいう）の製造方法は、

複合樹脂 A 及び結晶性ポリエステル樹脂 C を同一又は異なる樹脂粒子中に含む樹脂粒子 X と、オキサゾリン基含有重合体とを混合し、結晶性ポリエステル樹脂 C の融点以上の温度で加熱し、架橋樹脂粒子 X C を得る工程、

架橋樹脂粒子 X C を水系媒体中で凝集させて凝集粒子を得る工程、及び、

得られた凝集粒子を、結晶性ポリエステル樹脂 C の融点よりも 10 低い温度以上の温度で融着させる工程を含む。

そして、複合樹脂 A は、アルコール成分及びカルボン酸成分の重縮合物であるポリエス

テル樹脂セグメントと、スチレン系化合物を含む原料モノマーの付加重合物であるビニル系樹脂セグメントとを含む。

更に、オキサゾリン基含有重合体の添加量が、複合樹脂 A 及び結晶性ポリエステル樹脂 C 中の酸基のモル数に対するオキサゾリン基含有重合体のオキサゾリン基のモル数（O x z 当量）として、0.02 当量以上である。

以上の方法により、低温定着性に優れ、且つ、帯電性能維持率に優れるトナーが得られる。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0013

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0013】

本発明の一実施態様に係るトナーの製造方法は、例えば

複合樹脂 A 及び結晶性ポリエステル樹脂 C を同一又は異なる樹脂粒子中に含む樹脂粒子 X と、オキサゾリン基含有重合体とを混合し、前記結晶性ポリエステル樹脂 C の融点以上の温度で加熱し、架橋樹脂粒子 X C を得る工程（以下、「工程（1）」ともいう）、

前記架橋樹脂粒子 X Cを水系媒体中で凝集させて凝集粒子 1 を得る工程（以下、「工程（2）」ともいう）、

非晶性ポリエステル系樹脂 B を含む樹脂粒子 Y を凝集粒子 1 に付着させて凝集粒子 2 を得る工程（以下、「工程（3）」ともいう）、及び、

得られた凝集粒子 2 を、結晶性ポリエステル樹脂 C の融点よりも 10 低い温度以上の温度で融着させる工程（以下、「工程（4）」ともいう）を含む。

以下、当該実施態様を例にとり、本発明について説明する。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0067

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0067】

〔混合条件〕

工程（1）では、複合樹脂 A 及び結晶性ポリエステル樹脂 C を同一又は異なる樹脂粒子中に含む樹脂粒子 X と、オキサゾリン基含有重合体とを混合し、結晶性ポリエステル樹脂 C の融点以上の温度で加熱し、架橋樹脂粒子 X C を得る。結晶性ポリエステル樹脂 C の融点以上の温度で加熱することで、オキサゾリン基含有重合体と結晶性ポリエステル樹脂 C との反応が促進され、帯電性能維持率を向上させることができる。

工程（1）の温度は、好ましくは結晶性ポリエステル樹脂 C の融点よりも 5 高い温度以上、より好ましくは結晶性ポリエステル樹脂 C の融点よりも 10 高い温度以上、更に好ましくは結晶性ポリエステル樹脂 C の融点よりも 15 高い温度以上であり、そして、好ましくは複合樹脂 A の軟化点よりも 10 高い温度以下、より好ましくは複合樹脂 A の軟化点よりも 5 高い温度以下、更に好ましくは複合樹脂 A の軟化点以下である。

工程（1）の加熱時間は、好ましくは 0.5 時間以上、より好ましくは 1 時間以上、更に好ましくは 2 時間以上であり、そして、好ましくは 6 時間以下、より好ましくは 5 時間以下、更に好ましくは 4 時間以下である。

ここで加熱時間とは、結晶性ポリエステル樹脂 C の融点以上の温度とする時間である。

なお、工程（1）において、混合方法は、公知の方法により行うことができる。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0068

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0068】

<工程(2)>

工程(2)では、架橋樹脂粒子XCを水系媒体中で凝集させて凝集粒子1を得る。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0069

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0069】

〔離型剤〕

工程(2)では、架橋樹脂粒子XCと共に、離型剤を含む離型剤粒子を凝集させてもよい。

離型剤としては、例えば、ポリプロピレンワックス、ポリエチレンワックス、ポリプロピレンポリエチレン共重合体ワックス；マイクロクリスタリンワックス、パラフィンワックス、フィッシュアトロプシュワックス、サゾールワックス等の炭化水素系ワックス又はそれらの酸化物；カルナウバワックス、モンタンワックス又はそれらの脱酸ワックス、脂肪酸エステルワックス等のエステル系ワックス；脂肪酸アミド類、脂肪酸類、高級アルコール類、脂肪酸金属塩が挙げられる。これらは1種又は2種以上を用いてもよい。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0071

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0071】

(離型剤粒子の分散液)

離型剤は、離型剤粒子の分散液として、架橋樹脂粒子XCと混合し、凝集させることで、凝集粒子1に含有させることが好ましい。

離型剤粒子の分散液は、界面活性剤を用いて得ることも可能であるが、離型剤と後述する樹脂粒子Zとを混合して得ることが好ましい。離型剤と樹脂粒子Zを用いて離型剤粒子を調製することで、樹脂粒子Zにより離型剤粒子が安定化され、界面活性剤を使用しなくても離型剤を水系媒体中に分散させることが可能となる。離型剤粒子の分散液中では、離型剤粒子の表面に樹脂粒子Zが多数付着した構造を有していると考えられる。

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0078

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0078】

〔着色剤〕

工程(2)では、架橋樹脂粒子XCと共に、着色剤を含む着色剤粒子を凝集させてもよい。

着色剤としては、トナー用着色剤として用いられている染料、顔料等のすべてを使用することができる。

着色剤としては、例えば、カーボンブラック、フタロシアニンブルー、パーマネントブラウンFG、ブリリアントファーストスカーレット、ピグメントグリーンB、ローダミン-Bベース、ソルベントレッド49、ソルベントレッド146、ソルベントブルー35、キナクリドン、カーミン6B、ジスアゾエローが挙げられる。トナーは、黒トナー、黒以外のカラートナーのいずれであってもよい。

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0080

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0080】

(着色剤粒子の分散液)

着色剤は、着色剤粒子の分散液として、架橋樹脂粒子XCと混合し、凝集させることで、凝集粒子1に含有させることが好ましい。

着色剤粒子の分散液は、着色剤と水系媒体とを、ホモジナイザー、超音波分散機等の分散機を用いて分散して得ることが好ましい。当該分散は、着色剤の分散安定性を向上させる観点から、界面活性剤の存在下で行うことが好ましい。当該界面活性剤としては、例えば、非イオン性界面活性剤、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤が挙げられ、着色剤粒子の分散安定性を向上させる観点から、好ましくはアニオン性界面活性剤である。アニオン性界面活性剤としては、例えば、ドデシルベンゼンスルホン酸塩、ドデシル硫酸塩、ラウリルエーテル硫酸塩、アルケニルコハク酸塩が挙げられる。これらの中でも、ドデシルベンゼンスルホン酸塩が好ましい。

【手続補正11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0084

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0084】

(界面活性剤)

工程(2)では、混合分散液を調製した後に架橋樹脂粒子XCを凝集させることが好ましい。

混合分散液を調製する際、架橋樹脂粒子XC及び必要に応じて添加される離型剤粒子等の任意成分の分散安定性を向上させる観点から、界面活性剤の存在下で行ってもよい。界面活性剤としては、例えば、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルエーテル硫酸塩等のアニオン性界面活性剤；ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルケニルエーテル類等の非イオン性界面活性剤が挙げられる。

界面活性剤を使用する場合、その使用量は、架橋樹脂粒子XC 100質量部に対して、好ましくは0.1質量部以上、より好ましくは0.5質量部以上であり、そして、好ましくは10質量部以下、より好ましくは5質量部以下、更に好ましくは3質量部以下である。

【手続補正12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0085

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0085】

前述の架橋樹脂粒子XCの分散液、及び任意成分の混合は、常法により行われる。当該混合により得られた混合分散液に、凝集を効率的に行う観点から、凝集剤を添加することが好ましい。

【手続補正13】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0087

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0087】

凝集剤を用いて、例えば、0 以上40 以下の架橋樹脂粒子XCを含む混合分散液に

、架橋樹脂粒子 X C 100 質量部に対し 5 質量部以上 50 質量部以下の凝集剤を添加し、架橋樹脂粒子 X C を水系媒体中で凝集させて、凝集粒子 1 を得る。更に、凝集を促進させる観点から、凝集剤を添加した後に分散液の温度を上げることが好ましい。