

(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2015-108824

(P2015-108824A)

(43) 公開日 平成27年6月11日(2015.6.11)

(51) Int.Cl.		F I				テーマコード (参考)
G03G	9/08	(2006.01)	G03G	9/08	311	2H500
G03G	9/087	(2006.01)	G03G	9/08	381	
G03G	9/09	(2006.01)	G03G	9/08	325	
			G03G	9/08	365	
			G03G	9/08	361	
審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 13 頁)						

(21) 出願番号	特願2014-234190 (P2014-234190)	(71) 出願人	596170170
(22) 出願日	平成26年11月19日 (2014.11.19)		ゼロックス コーポレイション
(31) 優先権主張番号	14/095, 927		XEROX CORPORATION
(32) 優先日	平成25年12月3日 (2013.12.3)		アメリカ合衆国、コネチカット州 068
(33) 優先権主張国	米国 (US)		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	110001210
			特許業務法人Y K I 国際特許事務所

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 単成分現像システムのための低エネルギー消費モノクロ粒子

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】高速単成分現像システム (SCDシステム) に適した低エネルギー消費モノクロ粒子とその製造方法の提供。

【解決手段】低エネルギー消費モノクロ粒子は、あるガラス転移点と、ある重量平均分子量のコアを含むコアラテックスを含む。シェルは、コアを包み込み、あるガラス転移点と、ある重量平均分子量のシェルを含むシェルラテックスを含む。シェルラテックスのガラス転移点は、コアラテックスのガラス転移点より高い。シェルラテックスの重量平均分子量は、コアラテックスの重量平均分子量より低い、または高い。低エネルギー消費モノクロ粒子は、最低融合温度を下げ、優れたホットオフセットおよび貯蔵を維持し、マット仕上げを示しつつ、SCDシステムの高速印刷に適している。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

コアと、

重量平均分子量 (Mw) が約 25 k p s e ~ 約 75 k p s e であり、ガラス転移点 (Tg) が約 50 ~ 約 70 であるシェルラテックスを含むシェルとを含む、トナー粒子。

【請求項 2】

コアラテックスは、重量平均分子量 (Mw) が約 15 k p s e ~ 約 k p s e であり、ガラス転移点 (Tg) が約 35 ~ 約 75 である、請求項 1 に記載の低エネルギー消費モノクロ粒子。

【請求項 3】

前記シェルラテックスが、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、およびこれらの組み合わせからなる群から選択されるモノマーを含む、請求項 1 に記載の低エネルギー消費モノクロ粒子。

【請求項 4】

低融点ワックスは、融点が約 80 以下である、請求項 1 に記載の低エネルギー消費モノクロ粒子。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本開示は、一般的に、例えば、単成分現像システム (SCD システム) に使用するためのトナー粒子に関する。さらに具体的には、本開示は、低い最低融合温度と低い光沢レベルを示す低エネルギー消費モノクロ粒子、およびこのような粒子製造するための方法に関する。

【背景技術】**【0002】**

高速単成分現像システム (SCD システム) は、オフィスネットワーク市場の高い需要を満足するために構築された。SCD システムでは、感光体の上に静電潜像が作られ、静電潜像にトナーが引き寄せられる。次いで、トナーを指示材料 (例えば、紙片) に転写し、その後、熱によって支持材料に融合し、画像を作成する。印刷の需要が高まるにつれて、高速で印刷するためにプリンタが必要である。従って、さらに短い時間で紙に対し、熱/圧力によってトナーを融合しなければならない。この問題を克服するために、低い融点を有するトナーを含む溶液を使用する。しかし、融点が低いトナーは、貯蔵中に一緒になって融合する傾向がある。

【0003】

高速印刷、特に、SCD システムに適した、改良された低エネルギー消費粒子が依然として必要であり、マット仕上げに適した光沢レベルを維持しつつ、優れた流動性、帯電性、低いトナーの使用量、低いドラム汚染を与えることができる。

【発明の概要】**【発明が解決しようとする課題】****【0004】**

以下の詳細な記載は、本明細書の例示的な実施形態を実行するための現時点で想定された最良の態様である。この記載は、本明細書の開示の範囲が添付の特許請求の範囲によって最もよく定義されるため、限定する観点であると考えられるべきではなく、単に、本明細書の開示の一般的な原理を示す目的のためになされる。

【課題を解決するための手段】**【0005】**

種々の本発明の特徴を以下に記載し、この特徴は、それぞれ互いに独立して使用してもよく、または他の特徴と組み合わせて使用してもよい。しかし、任意の単一の本発明の特徴は、上に記載したいずれかの問題に対処しない場合があり、または上に記載したいずれ

10

20

30

40

50

かの問題のみに対処するものであってもよい。さらに、上に記載した１つ以上の問題は、以下に記載するいずれかの特徴によって完全には対処されない場合もある。

【０００６】

広く、本開示の実施形態は、一般的に、単一のラテックスまたはラテックス混合物、単一の低融点ワックスまたはワックス混合物、凝固剤、単一の着色剤または着色剤混合物、キレート化剤を含むコアラテックスを含むコアを含む低エネルギー消費モノクロトナー粒子を提供し、コアラテックスは、重量平均分子量（ M_w ）が約１５ｋｐｓｅ～約７５ｋｐｓｅであり、ガラス転移点（ T_g ）は、約３５～約７５である。

【０００７】

本開示の別の態様では、低エネルギー消費モノクロトナー粒子は、ある重量平均分子量（ M_w ）とコアガラス転移点（ T_g ）のコアを含むコアラテックスと、コアラテックスの上にあり、ある重量平均分子量（ M_w ）とコアガラス転移点（ T_g ）のシェルを含むシェルラテックスとを含み、コアの M_w は、シェルの M_w より大きい、または小さく、コアの T_g は、シェルの T_g より低い。

10

【０００８】

本開示の別の態様では、低エネルギー消費モノクロトナー粒子は、コアと、重量平均分子量（ M_w ）が約１５ｋｐｓｅ～約７５ｋｐｓｅであり、ガラス転移点（ T_g ）が約５０～約７０であるシェルラテックスを含むシェルを含む。

【発明を実施するための形態】

【０００９】

本開示では、「高速印刷」という用語は、１分間に約３５ページより多くを印刷する印刷デバイスを指す。

20

【００１０】

本開示では、「低エネルギー消費粒子」という用語は、印刷システム中で、もっと温度が低いフューザーの使用を可能にし、従って、エネルギーの消費が少ないトナー粒子を指す。

【００１１】

本開示では、「ホットオフセット温度」という用語は、印刷システムでの固定中に、トナーがフューザーロールに顕著に付着しない最大温度を指す。

【００１２】

本開示では、「ドラム汚染」という用語は、融合後に印刷システムのドラムに付着した受け入れられない量のトナー粒子を指す。

30

【００１３】

本開示では、「最低融合温度」という用語は、基材に対して受け入れ可能なトナーの付着が印刷システムで起こる最低温度を指す。

【００１４】

本開示では、「マット仕上げ」という用語は、約１０～約２０の光沢値（ GGU ）を指す。

【００１５】

本開示は、 SCD システムで印刷するのに適しており、ホットオフセット温度および貯蔵安定性（耐ブロッキング性）が優れており、マット仕上げされた低エネルギー消費モノクロ粒子を提供する。本開示は、さらに、低エネルギー消費モノクロ粒子を製造する方法も提供する。

40

【００１６】

本明細書の低エネルギー消費モノクロ粒子は、コア構造を有していてもよい。コアは、１種類以上のモノマー、低融点ワックス、カーボンブラック顔料およびシアンプルーを含む着色剤、凝固剤、キレート化剤を含有するラテックスを含んでいてもよい。

【００１７】

他の実施形態では、本明細書の低エネルギー消費モノクロ粒子は、コア-シェル構造を有していてもよい。上のコアに含まれるのは、低融点ワックス、凝固剤、キレート化剤で

50

あってもよい。シェルは、粒子のコア中のラテックスよりも小さいか、または大きい重量平均分子量（ M_w ）、小さいか、または大きいガラス転移点（ T_g ）のラテックスを含んでいてもよい。

【0018】

ラテックスポリマーが、当業者の技術の範囲内にある任意の方法によって調製されてもよいが、本明細書の実施形態では、ラテックスポリマーを、半連続乳化重合を含む乳化重合合法によって調製してもよい。

【0019】

いくつかの実施形態では、半連続乳化重合を用い、界面活性剤および蒸留水存在下、1種類以上のモノマーを含むモノマーエマルションを作成することによって、粒子のコアを調製することができる。モノマーエマルションの一部を加熱し、所定の時間攪拌し、種粒子の生成を可能にする。次いで、得られたモノマーエマルションを反応器に加える。モノマーを完全に変換し、重合したラテックスを作成するために、モノマーエマルションを攪拌する。次いで、少なくとも1種類の着色剤、低融点ワックス、蒸留水を用い、ホモジナイザを用いて混合したラテックスをホモジナイザで混合する。凝固剤と HNO_3 を含有する溶液を上の反応器に加える。

10

【0020】

コア粒子が生成したら、シェルをコアの上に加えてもよく、またはコアの上に作成してもよい。いくつかの実施形態では、粒子のコアの調製において上述のような半連続乳化重合に従ってシェルラテックスを製造することによって、シェルを調製してもよい。コアを含む反応器に、シェルラテックスを滴下して加えてもよい。シェルラテックスを完全に添加した後、得られた粒子スラリーを攪拌し、 pH を調節することができる。次いで、コア-シェル粒子を数回洗浄し、乾燥させてもよい。

20

【0021】

本明細書の実施形態に従って粒子のコアを作成するときに、任意のラテックス樹脂を利用してもよい。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いてもよい。いくつかの実施形態では、コアを作成するために用いられるモノマーは、重量平均分子量（ M_w ）が約15 k p s e ~ 約75 k p s e、または約20 k p s e ~ 約55 k p s e、または約30 k p s e ~ 約50 k p s eの低分子量モノマーであってもよい。分子量を、高速ゲル浸透クロマトグラフィーまたは混合床ゲル浸透クロマトグラフィーによって測定してもよい。

30

【0022】

種々の実施形態では、コアのラテックスのガラス転移点（ T_g ）は、約35 ~ 約75、または約40 ~ 約70、または約45 ~ 約55であってもよい。

【0023】

それに加え、コアのためのモノマーは、例えば、限定されないが、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、-CEA、フマル酸、マレイン酸および経皮酸で構成される群から選択されるカルボン酸を含んでいてもよい。

【0024】

コアラテックスポリマーエマルションを作成するのに有用な、従って、得られるラテックスエマルション中のラテックス粒子に適切なモノマーの例としては、限定されないが、スチレン、アクリレート、メタクリレート、ブタジエン、イソプレン、アクリル酸、メタクリル酸、アクリロニトリル、またはこれらの組み合わせが挙げられる。

40

【0025】

いくつかの実施形態では、モノマーは、例えば、約83 / 17 / 5部 ~ 約70 / 30 / 2部、または約79 / 21 / 3部 ~ 約65 / 35 / 2部、または約75 / 25 / 3部 ~ 約70 / 30 / 2部の比率でスチレン、 n -ブチルアクリレートおよびベータカルボキシエチルアクリレートであってもよい。

【0026】

コアラテックス樹脂を作成中に低融点ワックスまたはワックスを加えてもよい。例えば

50

、粒子の形状、融合特徴、光沢、ストリッピング、高いオフセット温度のような特定のトナー粒子を改良するために、低融点ワックスを加えてもよい。低融点ワックスは、最低融合温度を低くし、最低融合温度を下げ、メルトインデックスフロー（MFI）を上げるのに役立ち、フューザーロールからのトナー粒子の剥離性を高めるのに役立つだろう。いくつかの実施形態では、低融点ワックスは、融点が約80 未満、または約47 ~ 約78、または約76 未満である。

【0027】

適切なワックスは、例えば、天然植物ワックス、天然動物ワックス、鉱物ワックス、合成ワックス、官能基化ワックスであってもよい。天然植物ワックスの例としては、例えば、カルナバワックス、カンデリラワックス、ライスワックス、木ろう、ホホバオイル、日本ろう、ベーベリろうが挙げられる。天然動物ワックスの例としては、例えば、蜜ろう、カルタゴろう、ラノリン、ラックワックス、シェラックワックス、クジラろうが挙げられる。鉱物ワックスとしては、例えば、パラフィンワックス、微晶質ワックス、モンタンワックス、オゾケライトワックス、セレシンワックス、ペトロラタムワックス、石油ワックスが挙げられる。合成ワックスとしては、例えば、Fischer-Tropschワックス、アクリレートワックス、脂肪酸アミドワックス、シリコンワックス、ポリテトラフルオロエチレンワックス、ポリエチレンワックス、高級脂肪酸と高級アルコールから得られるエステルワックス、例えば、ステアリン酸ステアリルおよびベヘン酸ベヘニル、高級脂肪酸と一価または多価の低級アルコールから得られるエステルワックス、例えば、ステアリン酸ブチル、オレイン酸プロピル、グリセリドモノステアレート、グリセリドジステアレート、ペンタエリスリトールテトラベヘネート、高級脂肪酸と多価アルコールマルチマーから得られるエステルワックス、例えばジエチレングリコールモノステアレート、ジグリセリルジステアレート、ジプロピレングリコールジステアレート、およびトリグリセリルテトラステアレート、ソルビタン高級脂肪酸エステルワックス、例えば、ソルビタンモノステアレート、およびコレステロール高級脂肪酸エステルワックス、例えば、ステアリン酸コレステリル、ポリプロピレンワックス、およびこれらの混合物が挙げられる。

【0028】

いくつかの実施形態では、低融点ワックスは、例えば、パラフィン（融点47 ~ 65）、笹の葉（融点79 ~ 80）、ベーベリ（融点46.7 ~ 48.8）、蜜ろう（融点61 ~ 69）、カンデリラ（融点67 ~ 69）、ケーブベリー（融点40.5 ~ 45）、カラダ（融点79.7 ~ 84.5）、カルナバ（融点83 ~ 86）、ヒマシ油（融点83 ~ 88）、日本ろう（融点48 ~ 53）であってもよい。

【0029】

低融点ワックスは、トナーコアの約1重量% ~ 約35重量%、または約3重量% ~ 約25重量%、または約10重量% ~ 約20重量%の量で存在していてもよい。いくつかの実施形態では、本開示のコアに存在する低融点ワックスの量は、高融点ワックスを用いるときにコアで使用されるワックスの量のほぼ半分であってもよい。

【0030】

本明細書のコアは、1種類以上の着色剤も含有していてもよい。例えば、本明細書で使用する着色剤としては、顔料、染料、顔料と染料の混合物、顔料混合物、染料混合物などが挙げられるだろう。着色剤は、例えば、カーボンブラック、マグネタイト、ブラック、シアン、マゼンタ、イエロー、レッド、グリーン、ブルー、ブラウン、およびこれらの混合物を含んでいてもよい。いくつかの実施形態では、適切な着色剤としては、カーボンブラック顔料およびシアンブルーが挙げられる。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。

【0031】

画像の密度を高めるために、本明細書の粒子にカーボンブラック顔料が存在していてもよい。カーボンブラック顔料は、例えば、Cabot（登録商標）Corporation製のカーボンブラック製品、例えば、Black Pearl 1400、Black

10

20

30

40

50

Pearls、Black Pearls 1000、Black Pearls 1
 100、Black Pearls 120、Black Pearls 130、Bl
 ack Pearls 1300、Black Pearls 1300A73、Bla
 ck Pearls 1400、Black Pearls 160、Black Pe
 arls 2000、Black Pearls 280、Black Pearls
 3200、Black Pearls 3500、Black Pearls 3550
 、Black Pearls 3700、Black Pearls 420、Blac
 k Pearls 430、Black Pearls 4350、Black Pea
 rls 4560、Black Pearls 460、Black Pearls 4
 750、Black Pearls 480、Black Pearls 490、Bl
 ack Pearls 6100、Black Pearls 700、Black P
 earls 800、Black Pearls 8500、Black Pearls
 880、Black Pearls 900、Black Pearls L、Reg
 al (登録商標)製のカーボンブラック製品、例えば、Regal 1250R、Reg
 al 1330、Regal 1330R、Regal 250、Regal 250R
 、Regal 300、Regal 300R、Regal 330、Regal 33
 0R、Regal 350R、Regal 400、Regal 400R、Regal
 415R、Regal 500R、Regal 600、Regal 660、Reg
 al 660R、Regal 700、Regal 85、Regal 99、Rega
 l 99I、Regal 99R、Regal Black 250R、Regal L
 、Regal R 330、Regal SRF、およびRegal SRF - S、Co
 ndutex (登録商標)製カーボンブラック、例えば、Conductex 40 - 2
 00、Conductex 40 - 220、Conductex 7051、Condu
 ctex 7055 Ultra、Conductex 900、Conductex
 950、Conductex 975、Conductex 975 Ultra、Co
 nductex 975U、Conductex CC 40 - 220、Conduct
 ex N 472、Conductex SC、Conductex SC Ultra
 、およびConductex SC - U、Columbian Chemicals製の
 カーボンブラック、例えば、Raven (登録商標)カーボンブラック、例えば、Rav
 en 1000、Raven 1000BDS、Raven 1020、Raven 1
 035、Raven 1040、Raven 1060、Raven 1060B、Ra
 ven 1080、Raven 11、Raven 1100、Raven 1100
 Ultra、Raven 1170、Raven 1190 Ultra、Raven
 1200、Raven 12200、Raven 125、Raven 1250、Ra
 ven 1255、Raven 1255B、Raven 14、Raven 15、R
 aven 150、Raven 1500、Raven 16、Raven 200、R
 aven 2000、Raven 22、Raven 22D、Raven 2500、
 Raven 2500 Powder U、Raven 2500 Ultra、Rav
 en 30、Raven 3200、Raven 35、Raven 350、Rave
 n 3500、Raven 360、Raven 3600 Ultra、Raven
 3600U、Raven 40、Raven 403UB、Raven 410、Rav
 en 410U、Raven 420、Raven 420 Dense、Raven
 430、Raven 430 Ultra、Raven 430UB、Raven 45
 0、Raven 50、Raven 500、Raven 5000、Raven 50
 00 Ultra II、Raven 5000UIII、Raven 520、Rav
 en 5250、Raven 5720、Raven 5750、Raven 7000
 、Raven 760、Raven 760 Ultra、Raven 760B、Ra
 ven 780、Raven 780 Ultra、Raven 8000、Raven
 860、Raven 860 Ultra、Raven 860U、Raven 88
 0 Ultra、Raven 890、Raven Beads、Raven Blac

10

20

30

40

50

k、Raven C、およびRaven P-FE/B、LanXess（登録商標）製のカーボンブラック、例えば、Levanyls（登録商標）、例えば、Levanyl B-LF、Levanyl Black A-SF、Levanyl Black B-LF、Levanyl Black BZ、Levanyl Black N-LF、およびLevanyl N-LF（LanXess）、Mitsubishi（登録商標）によるカーボンブラック、例えば、Mitsubishi 1000、Mitsubishi 20B、Mitsubishi 2400、Mitsubishi 2400B、Mitsubishi 258、Mitsubishi 260、Mitsubishi 2770B、Mitsubishi 30、Mitsubishi 3030、Mitsubishi 3050、Mitsubishi 30B、Mitsubishi 3150、Mitsubishi 33B、Mitsubishi 3400、Mitsubishi 40、Mitsubishi 44、Mitsubishi 45、Mitsubishi 47、Mitsubishi 50、Mitsubishi 5B、Mitsubishi 650、Mitsubishi 900、Mitsubishi 970、Mitsubishi 980B、Mitsubishi 990B、Mitsubishi Carbon 10、Mitsubishi Carbon 25、Mitsubishi Carbon 40、Mitsubishi Carbon 44、Mitsubishi Carbon 45、Mitsubishi Carbon 50、Mitsubishi Carbon 52、Mitsubishi Carbon Black 2000、Mitsubishi Carbon Black 2600、Mitsubishi Carbon Black 3050、Mitsubishi Carbon Black 33、Mitsubishi Carbon Black 44、Mitsubishi Carbon Black 900、Mitsubishi Carbon Black 950、Mitsubishi Carbon Black 970、Mitsubishi Carbon Black 990、Mitsubishi Carbon Black MA 100、およびMitsubishi Carbon Black MA 220、Nipex（登録商標）によるカーボンブラック、例えば、Nipex 150G、Nipex 150IQ、Nipex 16、Nipex 160、Nipex 160IQ、Nipex 18、Nipex 180、Nipex 180IQ、Nipex 30、Nipex 60、Nipex 70、Nipex 85、and Nipex 90、BASF（登録商標）によるカーボンブラック、例えば、Paliogen Violet 5100および5890、Paul Uhlich（登録商標）によるNormandy Magenta RD-2400、Paul Uhlich（登録商標）によるPermanent Violet VT2645、BASF（登録商標）によるHeliogen Green L8730、Paul Uhlich（登録商標）によるArgyle Green XP-111-S、Paul Uhlich（登録商標）によるBrilliant Green Toner GR 0991、BASF（登録商標）によるLithol Scarlet D3700、Aldrich（登録商標）によるToluidine Red、Aldrich（登録商標）によるScarlet for Thermoplast NSD Red、Paul Uhlich（登録商標）によるLithol Rubine Toner、BASF（登録商標）によるLithol Scarlet 4440およびNBD 3700、Dominion Color（登録商標）によるBon Red C、Paul Uhlich（登録商標）によるRoyal Brilliant Red RD-8192、Ciba Geigy（登録商標）によるOracet Pink RF、BASF（登録商標）によるPaliogen Red 3340および3871K、BASF（登録商標）によるLithol Fast Scarlet L4300、BASF（登録商標）によるHeliogen Blue D6840、D7080、K7090、K6910およびL7020、BASF（登録商標）によるSudan Blue OS、BASF（登録商標）によるNeopen Blue FF

4012、American Hoechst（登録商標）によるPV Fast Blue B2G01、Ciba Geigy（登録商標）によるIrgalite Blue BCA、BASF（登録商標）によるPaliogen Blue 6470、Matheson, Coleman, and BellによるSudan II、IIIおよびIV、Aldrich（登録商標）によるSudan Orange、BASF（登録商標）によるSudan Orange 220、BASF（登録商標）によるPaliogen Orange 3040、Paul Ulrich（登録商標）によるOrtho Orange OR 2673、BASF（登録商標）によるPaliogen Yellow 152および1560、BASF（登録商標）によるLithol Fast Yellow 0991K、BASF（登録商標）によるPaliotol Yellow 1840、Hoechst（登録商標）によるNovaperm Yellow FGL、Paul Ulrich（登録商標）によるPermanerit Yellow YE 0305、BASF（登録商標）によるLumogen Yellow D0790、BASF（登録商標）によるSuco-Gelb 1250、BASF（登録商標）によるSuco-Yellow D1355、BASF（登録商標）によるSuco Fast Yellow D1165、D1355およびD1351、Hoechst（登録商標）によるHostaperm Pink E、BASF（登録商標）によるFanal Pink D4830、DuPont（登録商標）によるCinquasia Magenta、BASF（登録商標）によるPaliogen Black L9984 9、およびBASF（登録商標）によるPigment Black K 801であってもよい。

【0032】

カーボンブラックは、本開示のコア中に、例えば、コアの約1重量%～約8重量%、または約2重量%～約6重量%、または約3重量%～約5重量%の量で存在していてもよい。

【0033】

シアンブルーは、トナーの色合いを高めてもよく、さらに、粒子に電荷を加えるのに役立ってもよい。シアンブルーは、本開示の粒子中に、例えば、コアの約0.25重量%～約3.25重量%、または約0.5重量%～約2.75重量%、または約0.75重量%～約1.75重量%の量で存在していてもよい。

【0034】

トナーのイオン架橋を調節するために、凝固剤を本明細書のコアに加えてもよい。いくつかの実施形態では、イオン架橋性凝固剤をコアに加える。コアラテックス、ワックスおよび着色剤を凝集させる前に、イオン架橋性凝固剤を加えてもよい。適切なイオン架橋性凝固剤としては、例えば、アルミニウムに基づく凝固剤、例えば、ポリフッ化アルミニウムおよびポリ塩化アルミニウム（PAC）を含むポリハロゲン化アルミニウム、ポリケイ酸アルミニウム、例えば、ポリスルホケイ酸アルミニウム（PASS）、ポリ水酸化アルミニウム、ポリリン酸アルミニウム、硫酸アルミニウムなどが挙げられる。他の適切な凝固剤としては、テトラアルキルチタネート、ジアルキルスズオキシド、テトラアルキルスズオキシドヒドロキシド、ジアルキルスズオキシドヒドロキシド、アルミニウムアルコキシド、アルキル亜鉛、ジアルキル亜鉛、酸化亜鉛、酸化第一スズ、ジブチルスズオキシド、ジブチルスズオキシドヒドロキシド、テトラアルキルスズなどが挙げられる。

【0035】

いくつかの実施形態では、凝固剤は、ポリ塩化アルミニウムであってもよい。

【0036】

イオン架橋性凝固剤は、コア粒子中に約0.08pph～約0.28pph、または約0.10pph～約0.20pph、または約0.13pph～約0.17pphの量で存在していてもよい。

【0037】

イオン架橋の量を減らし、熔融流動を高め、最低融合温度を下げるために、キレート化

10

20

30

40

50

剤を本明細書の粒子に加えてもよい。適切なキレート化剤としては、例えば、エチレンジアミン四酢酸（EDTA）、グルコナール、ヒドロキシル-2,2'-イミノジコハク酸（HIDS）、ジカルボキシルメチルグルタミン酸（GLDA）、メチルグリシジル二酢酸（MGDA）、ヒドロキシジエチルイミノ二酢酸（HIDA）、グルコン酸ナトリウム、クエン酸カリウム、クエン酸ナトリウム、ニトロトリ酢酸塩、フミン酸、フルボ酸、EDTA塩、例えば、EDTAのアルカリ金属塩、酒石酸、グルコン酸、シュウ酸、ポリアクリレート、糖アクリレート、クエン酸、ポリアスパラギン酸ジエチレントリアミン五酢酸、3-ヒドロキシ-4-ピリジノン、ドーパミン、ユーカリ、イミノジコハク酸、エチレンジアミンジサクシネート、多糖、ナトリウムエチレンジニトリロテトラアセテート、チアミンピロホスフェート、ファルネシルピロホスフェート、2-アミノエチルピロホスフェート、ヒドロキシルエチリデン-1,1-ジホスホン酸、アミノトリメチレンホスホン酸ジエチレントリアミンペンタメチレンホスホン酸、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸、およびこれらの混合物が挙げられる。

【0038】

キレート化剤は、コア粒子中、コアの約0.05重量%～約1.00重量%、または約0.24重量%～約0.84重量%、または約0.44重量%～約0.64重量%の量で存在していてもよい。

【0039】

本開示のコアラテックスを作成するために、1種類、2種類またはそれより多い界面活性剤を使用してもよい。界面活性剤は、コアの約0.01～約5重量%、または約0.75～約4重量%、または約1～約3重量%の量で存在していてもよい。

【0040】

適切なアニオン系界面活性剤としては、サルフェートおよびスルホネート、ドデシル硫酸ナトリウム（SDS）、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、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サルフェートおよびスルホネート、酸、例えば、Sigma-Aldrichから入手可能なアビエチン酸、第一工業製薬株式会社から入手可能なNEOGEN R（商標）、NEOGEN SC（商標）、これらの組み合わせなどが挙げられる。他の適切なアニオン系界面活性剤としては、DOWFAX（商標）2A1、Dow Chemical Company製のアルキルジフェニルオキシドジスルホネート、および/またはテイカ株式会社製のTAYCA POWER BN2060（分枝鎖ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムである）が挙げられる。これらの界面活性剤と任意の上述のアニオン系界面活性剤の組み合わせを使用してもよい。

【0041】

適切な非イオン系界面活性剤の例としては、例えば、メタロース、メチルセルロース、エチルセルロース、プロピルセルロース、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ビ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、ジアルキルフェノキシポリ（エチレンオキシ）エタノール、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）、およびANTAROX 897（商標）を含むRhane-Poulencから入手可能な非イオン系界面活性剤が挙げられる。適切な非イオン系界面活性剤の他の例としては、SYNPERONIC PE/F 108を含むSYNPERONIC PE/F（登録商標）から市販されるものを含む、ポリエチレンオキシドとポリプロピレンオキシドのブロックコポリマーが挙げられる。

【0042】

本明細書のトナー粒子のシェルは、コアを調製するために用いられるのと同じ方法によ

10

20

30

40

50

って調製されるラテックスを含んでいてもよい。いくつかの実施形態では、シェルのラテックスは、コアのラテックスよりも小さいか、または大きい重量平均分子量 (Mw)、小さいか、または大きいガラス転移点 (Tg) を有していてもよい。

【0043】

いくつかの実施形態では、シェルラテックスのTgは、約35 ~ 約75、または約55 ~ 約65、または約58 ~ 約62であってもよい。いくつかの実施形態では、シェルラテックスのMwは、約15 k p s e ~ 約60 k p s e、または約20 k p s e ~ 約55 k p s e、または約30 k p s e ~ 約50 k p s eであってもよい。

【0044】

シェルラテックスの有用な成分としては、例えば、モノマー、凝集剤、キレート化剤、界面活性剤が挙げられるだろう。特定の成分の例およびそれぞれの量は、コアラテックスの場合と同じであってもよい。

【0045】

当業者の技術の範囲内にある任意の方法を使用し、例えば、コアセルベーション、浸漬、層形成または塗工によってシェルでコアを包み込んでもよい。凝集したコア粒子を包み込むのは、例えば、いくつかの実施形態では、約80 ~ 約99、または約88 ~ 約98、または約90 ~ 約96の高温まで加熱しつつ行ってもよい。約1分 ~ 約5時間、または約5分 ~ 約3時間、または約15分 ~ 約2.5時間かけてシェルの作成を行ってもよい。トナー粒子の望ましい最終粒径が達成されるまで、シェルラテックスをコアに塗布してもよい。

【0046】

コア - シェル構造中の本開示のトナー粒子は、平均粒径が約5ミクロン ~ 約10ミクロン、または約6ミクロン ~ 約9ミクロン、または約7ミクロン ~ 約8ミクロンであってもよい。約10ミクロンよりも大きな粒子は、トナーの質量面積密度が小さくなるため、トナー中で一塊になる傾向があるだろう。それに加え、粒径が約5ミクロンより小さいと、粉塵雲が生成し、トナーが良好な現像をしないように妨害され、そのため、ぼんやりした画像が生成することがある。

【0047】

コア - シェル構造では、本開示の粒子は、真円度が約0.940 ~ 約0.999、または約0.950 ~ 約0.980、または約0.960 ~ 約0.970であってもよい。

【0048】

以下の実施例は、本開示の例示的な実施形態を示す。この実施例は、低エネルギー消費モノクロ粒子を調製するいくつかの方法の1つを示す単なる実例であることを意図しており、本開示の範囲を限定することを意図していない。さらに、部およびパーセントは、他の意味であると示されていない限り、重量基準である。

【0049】

約29重量部のスチレン、約9.8重量部のアクリル酸 n - ブチル、約1.17重量部の - カルボキシエチルアクリレート (Beta CEA)、約0.20重量部の1 - ドデカンチオールモノマー混合物を、約0.77重量部のDOWFAX (商標) 2A1 (Dow Chemicalによって販売されるアルキルジフェニルオキシドジスルホネート界面活性剤) および約18.5重量部の蒸留水の水溶液とともに、毎分約500回転 (rpm) で、約20 ~ 約25の温度で攪拌することによって、水エマルションの状態のモノマーを調製した。

【0050】

約0.06重量部のDOWFAX (商標) 2A1および約36重量部の蒸留水を、約200 rpmでのステンレス45°ピッチの版軸フローインペラ、熱電対温度プローブ、窒素出口を有する水凝集器、窒素注入口、内部冷却能力、約83度に設定した水循環浴を取り付けた8リットルジャケット付きガラス反応器に入れ、約75の温度まで上げつつ、約30分間脱気した。

【0051】

10

20

30

40

50

次いで、上述の約 1.2 重量部のモノマーエマルションを上反応器に加え、約 75 で約 10 分間攪拌した。約 0.78 重量部の過硫酸アンモニウムを約 2.7 重量部の蒸留水に溶かした開始剤溶液を約 20 分間かけて反応器に加えた。攪拌をさらに約 20 分間続け、種粒子を生成させた。次いで、残ったモノマーエマルションを約 190 分かけて反応器に供給した。加えた後、ラテックスを同じ温度で約 3 時間攪拌し、モノマーの変換を完結させた。半連続乳化重合プロセスによって作られるラテックスは、ラテックスの粒径が 150 nm ~ 250 nm であった。

【0052】

(E A 粒子(リファレンス粒子)の合成)

2 リットルのジャケット付き実験用ガラス反応器に、ラテックス合成例に記載するように半連続乳化重合プロセスによって調製した約 378 重量部のコアラテックス、約 65 重量部の Regal 330 顔料分散物、約 22 重量部のシアン顔料ブルー 15:3 顔料分散物、約 184 重量部のパラフィンワックス分散物、約 760 重量部の蒸留水を加えた。成分をホモジナイザで約 4000 rpm で約 2 ~ 3 分かけて混合した。均一化を続けつつ、約 4.4 重量部のポリ(塩化アルミニウム)を約 30 重量部の 0.02 M HNO₃ 溶液に溶かした別個の混合物を上反応器に滴下して加えた。ポリ(塩化アルミニウム)混合物を加えた後、得られた粘性スラリーを約 4000 rpm、約 20、約 20 分かけてさらに均質化した。このときに、ホモジナイザをはずし、ステンレス 45°ピッチ半軸フロインペラと交換し、反応器の内容物の温度を約 54.7 まで上げつつ、約 350 ~ 300 rpm で連続して攪拌した。コア粒径約 6.9 ミクロンが達成されるまで、このバッチをこの温度で保持した。

【0053】

以下のプロセスによってシェルをコアに加えた。約 300 rpm で連続的に攪拌しつつ、約 240 重量部のシェルラテックス(乳化重合の例で記載した半連続乳化重合プロセスによって調製した)を約 10 分かけ、粒径が約 6.9 ミクロンの粒径を有するコア粒子を含む反応器に、滴下して加えた。ラテックスを完全に加えた後、得られた粒子スラリーを約 30 分間攪拌し、この時点で約 6.25 部のエチレンジアミン四酢酸の四ナトリウム塩を加え、十分な量の 1 モル濃度の NaOH をスラリーに加え、スラリーの pH を約 5.7 に調節した。pH を調節した後、攪拌速度をさらなる 10 分間で約 160 rpm まで下げた。10 分終了時に、浴温を約 98 に調節し、スラリーを約 96 まで加熱した。温度を上昇させている間、約 80 で十分な量の 0.3 M HNO₃ 溶液を加えることによって、スラリーの pH を約 5.3 に調節した。次いで、スラリーの温度を約 96.1 まで上げ、約 260 分で融着が完成するように 96.1 に維持した。このときに、十分な量の 1 モル濃度の NaOH を粒子スラリーに加え、pH を約 6.9 に調節し、スラリーをすぐに約 63 まで冷却した。63 に達したら、十分な量の 1 モル濃度の NaOH を加えて粒子スラリーを再び pH 調節して pH 8.8 を得て、その後、すぐに約 30 ~ 35 まで冷却した。このときに、低エネルギー消費モノクロ粒子を数回洗浄し、乾燥させた。

【0054】

得られた粒子は、平均粒径が 7.42 μm、GSD_v が 1.182、GSD_n が 1.21、真円度が 0.959 であった。粒子のガラス転移点 T_g は 47 であった。

【0055】

表 I および表 II は、コントロールと比較した本開示の低エネルギー消費モノクロ粒子(配合物 1)を示す。表からわかるだろうが、粒子は、大きさおよび形状が非常によく似ている。表面ワックスは、室温より高い(50 ~ 75)であることを注記しておく。このことは、改良された最小融合および改良された剥離を与えることが示される。90 で、両粒子が等価な表面ワックス両を示す。BET は、コントロールとよく似ており、改良された洗浄のための最適化された粒子形状である。125、5 kg でのメルトフロインデックス(MFI)は、コントロールよりも大きく、流動性および融合性が良好である。材料の T_g は、よりよい貯蔵安定性を可能にし、コントロールと同様である。分子量は低く、融合したときに改良されたレオロジー特徴も有する。

【表 I】

トナー	体積数 P S (μ m)	8 4 / 5 0 G S D	5 0 / 1 6 G S D	真円度	表面上の X P S % ワックス (R T)	表面上の % ワックス (5 0 d e g C)	表面に対する % ワックス (7 5 d e g C)	表面に対する % ワックス (7 5 d e g C) (9 0 d e g C)
配合物 1 (低溶融)	7.42	1.182	1.21	0.959	15	19	85	94
コントロール	7.55	1.181	1.2	0.960	12	16	63	93

【表 I I】

トナー	B E T (m^2 / g) 多成分	B E T (m^2 / g) 単成分	M F I (1 2 5 $^{\circ}$ C 5 . 0 k g) (g / 1 0 m i n)	T g (o n s e t) ($^{\circ}$ C)	中点 T g ($^{\circ}$ C)	M w (p s e)	M n (p s e)	M z (p s e)	M p (p s e)	M W D
配合物 1 (低溶融)	1.06	1.19	15.5	47	53.3	29,117	13,312	57,604	19,226	2.19
コントロール	1.09	0.991	9.5	46.6	53.4	31,101	13,693	65,300	19,628	2.27

【 0 0 5 6 】

種々の上に開示した特徴および機能および他の特徴および機能、またはこれらの改変例を他の異なる多くのシステムまたは用途と望ましい状態で組み合わせてもよいことは明らかであろう。さらに、現時点で予測されないか、または予期されない種々の改変例、修正例、変形例または改良が、今後当業者によってなされてもよく、これもまた以下の特許請求の範囲に包含されることが意図される。

フロントページの続き

- (72)発明者 グラジーナ・イー・クミーシク - ローリノウィクス
アメリカ合衆国 コネチカット州 0 6 8 5 6 - 4 5 0 5 ノーウオーク グローバー・アヴェニ
ュー 4 5 ピー・オー・ボックス 4 5 0 5 ゼロックス コーポレーション内
- (72)発明者 ロバート・ディー・ベイリー
アメリカ合衆国 コネチカット州 0 6 8 5 6 - 4 5 0 5 ノーウオーク グローバー・アヴェニ
ュー 4 5 ピー・オー・ボックス 4 5 0 5 ゼロックス コーポレーション内
- (72)発明者 モーラ・エイ・スウィーニー
アメリカ合衆国 コネチカット州 0 6 8 5 6 - 4 5 0 5 ノーウオーク グローバー・アヴェニ
ュー 4 5 ピー・オー・ボックス 4 5 0 5 ゼロックス コーポレーション内
- (72)発明者 ダニエル・エイ・アサレス
アメリカ合衆国 コネチカット州 0 6 8 5 6 - 4 5 0 5 ノーウオーク グローバー・アヴェニ
ュー 4 5 ピー・オー・ボックス 4 5 0 5 ゼロックス コーポレーション内
- (72)発明者 スーザン・ジェイ・ラフィーカ
アメリカ合衆国 コネチカット州 0 6 8 5 6 - 4 5 0 5 ノーウオーク グローバー・アヴェニ
ュー 4 5 ピー・オー・ボックス 4 5 0 5 ゼロックス コーポレーション内

F ターム(参考) 2H500 AA01 AA06 AA08 BA11 CA03 CA30 CB14 EA12B EA13C EA34B

EA60A