(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第5085968号
(P5085968)
(45)発行日　平成24年11月28日(2012.11.28)　(24)登録日　平成24年9月14日(2012.9.14)

(51)Int.Cl.　　F I
G03G 9/087 (2006.01)　　G03G 9/08 381
G03G 9/08 (2006.01)　　G03G 9/08 365

請求項の数 2　(全 16 頁)

(21)出願番号　特願2007-110616 (P2007-110616)
(22)出願日　平成19年4月19日 (2007.4.19)
(65)公開番号　特開2007-293343 (P2007-293343A)
(43)公開日　平成19年11月8日 (2007.11.8)
審査請求日　平成22年4月13日 (2010.4.13)
(31)優先権主張番号　11/380,302
(32)優先日　平成18年4月26日 (2006.4.26)
(33)優先権主張国　米国 (US)

(73)特許権者　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　０６８５６、ノーウォーク、ピーオーボックス　４５０５、グローバー・アヴェニュー　４５
(74)代理人　100075258
弁理士　吉田　研二
(74)代理人　100096976
弁理士　石田　純
(72)発明者　バレリー　エム　ファルジア
カナダ　オンタリオ　オークビル　リンドハースト　ドライブ　２４６８

最終頁に続く

(54)【発明の名称】トナーおよびトナーを調製するためのプロセス

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
ポリマ樹脂と、着色剤と、蝋と、必要に応じて用いる第２の凝固剤と、を含むトナー粒子と、
前記トナー粒子の表面に表面添加物として付着され、前記トナー粒子の摩擦電荷を変化させる、第１の凝固剤と、
を含み、
前記第１の凝固剤は、ポリ塩化アルミニウムであり、前記ポリ塩化アルミニウムは、乾燥重量に基づき、前記トナー粒子の０．０１～５重量％の量で存在するトナー。
【請求項２】
ポリマ樹脂エマルジョンと、着色剤分散物と、蝋と、を混合し、混合物を形成させる工程と、
有機または無機酸を前記混合物に添加する工程と、
必要に応じて第２の凝固剤を前記混合物に添加する工程と、
前記混合物を加熱し、前記ポリマ樹脂と、着色剤と、蝋とを凝集、合一させ、トナー粒子を形成させる工程と、
必要に応じて、前記混合物を冷却し、前記トナー粒子を単離する工程と、
第１の凝固剤を表面添加物として前記トナー粒子の表面に付着し、前記トナー粒子の摩擦電荷を変化させる工程と、
を含み、

前記第１の凝固剤は、ポリ塩化アルミニウムであり、前記ポリ塩化アルミニウムは、乾燥重量に基づき、前記トナー粒子の０．０１～５重量％の量で存在する、
トナーを調製するためのプロセス。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
この開示内容は、化学的プロセス、例えば乳化重合凝集法（ｅｍｕｌｓｉｏｎ　ａｇｇｒｅｇａｔｉｏｎ）によるトナー組成物の調製法に関し、ここで、得られたトナー組成物には、負～中性～正電荷の範囲の調節可能な摩擦電気帯電特性が提供される。プロセスは一般に、ラテックス粒子、例えばポリエステルまたはスルホン化ポリエステルポリマ粒子を含むラテックスを、蝋（ｗａｘ）および着色剤と共に、凝固剤（ｃｏａｇｕｌａｎｔ）の存在下、凝集させる工程と、続いて、形成したトナー粒子の表面に追加の凝固剤を添加する工程と、を含む。
【背景技術】
【０００２】
本明細書の実施形態において説明したのはトナープロセスであり、より特定的には、乳化重合凝集および合一プロセスである。より特定的には、実施形態において開示したのは、化学的プロセス、例えば乳化重合凝集法によるトナー組成物の調製法であり、ここで、ラテックス粒子、例えば結晶またはアモルファスポリマ粒子、例えばポリエステルまたはスルホン化ポリエステルを含むラテックスを、蝋および着色剤と共に、凝固剤、例えばポリ金属ハロゲン化物または他の一価もしくは二価金属凝固剤の存在下、凝集させ、必要に応じて、追加のポリマ粒子を含むラテックスを添加し、その後、凝集物を安定化し、混合物を例えば樹脂Ｔｇより高くなるように加熱することにより、凝集物を合一または融合させてトナーサイズの粒子を提供し、追加の凝固剤をトナー粒子の表面に添加し、トナー粒子の所望の摩擦電気帯電特性を達成する。
【０００３】
多くの利点が、本明細書で説明したプロセスにより得られるトナーと関連する。例えば、このプロセスにより、負～中性～正電荷の範囲とすることができる所望の摩擦電気帯電特性を有するトナー粒子が提供される。これらの様々な帯電特性は、使用される特別な画像現像システム、および所望のトナー電荷によって所望のものとすることができる。例えば、除電領域現像および半導性磁気ブラシ現像システムでは一般に負電荷トナーが使用され、一方、荷電領域現像および３段現像システムでは正電荷トナーが一般に使用される。
【０００４】
所望のトナー電荷を提供するために、従来の慣行では、使用するポリマ樹脂を変更し、または形成したトナー粒子に異なる後処理を提供していた。しかしながら、これらの代替案では、それぞれの異なる用途に対し、トナー組成物を再設計する必要があった。
【０００５】
【特許文献１】米国特許第５，９９４，０２０号明細書
【特許文献２】米国特許第６，５４１，１７５号明細書
【特許文献３】米国特許第６，４１６，９２０号明細書
【特許文献４】米国特許第６，４９５，３０２号明細書
【特許文献５】米国特許第６，５００，５９７号明細書
【特許文献６】米国特許第５，９２２，５０１号明細書
【特許文献７】米国特許第５，９４５，２４５号明細書
【発明の開示】
【発明が解決しようとする課題】
【０００６】
所望の摩擦電気帯電特性を有するトナー粒子を提供する。
【課題を解決するための手段】
【０００７】

トナー組成物および、例えば、トナーを調製するための乳化重合凝集プロセスを含む、トナーを調製するためのプロセスについて記述する。トナー組成物は、例えば、ポリエステル樹脂などの樹脂と、着色剤と、蝋と、凝固剤、例えば、一価金属、二価金属またはポリイオン凝固剤との粒子を含み、ここで、前記トナーは乳化重合凝集プロセスにより調製され、この場合、凝固剤はトナー粒子に組み入れられるが、形成されたトナー粒子への表面処理としても適用される。樹脂は結晶もしくはアモルファスポリマ樹脂、またはそれらの混合物とすることができる。

【０００８】

トナーを調製するためのプロセスは、例えば、ポリエステル樹脂などの樹脂を、蝋、着色剤および凝固剤と混合しトナーサイズ凝集物を提供する工程と、必要に応じて、形成した凝集物に追加の樹脂を添加し、これにより、厚さが例えば約０．１～約２または約５μｍ、例えば約０．３～約０．８μｍのシェルを形成した凝集物上に提供する工程と、必要に応じてシェルで覆った凝集物を加熱してトナーを形成する工程と、表面処理として形成したトナー粒子に追加の凝固剤を添加する工程と、必要に応じて、トナーを単離する工程と、を含む。実施形態では、加熱は、樹脂のガラス転移温度より低い温度での実質的に架橋のない第１の加熱工程と、樹脂のガラス転移温度より高い温度での実質的に架橋のない第２の加熱工程とを含む。実施形態では、トナープロセスは、負～中性～正電荷の範囲とすることができる所望の摩擦電気帯電特性を有するトナー粒子を提供する。

【０００９】

前記プロセスにおいて、第１の加熱工程は、約４５℃～約６０℃であり、第２の加熱工程は約８０℃～約９５℃であることが好ましい。

【発明を実施するための最良の形態】

【００１０】

本開示のトナーは、ポリエステルポリマ樹脂などの少なくとも１つのラテックスエマルジョンポリマと、蝋と、着色剤と、必要に応じて用いる凝固剤とを有するトナー粒子を含む。形成したトナー粒子はさらに、トナー粒子に対する表面処理として適用される追加の凝固剤を含む。トナー粒子はまた、別の従来の必要に応じて用いる添加物、例えばコロイドシリカ（流動剤（ｆｌｏｗ　ａｇｅｎｔ）として）などを含んでもよい。

【００１１】

本開示のトナーのために選択した、樹脂、ポリマまたはポリマ類のための特定のラテックスとしては、ポリエステルおよび／またはその誘導体類、例えば、ポリエステル樹脂類および分枝ポリエステル樹脂類、ポリイミド樹脂類、分枝ポリイミド樹脂類、ポリ（スチレン－アクリレート）樹脂類、架橋ポリ（スチレン－アクリレート）樹脂類、ポリ（スチレン－メタクリレート）樹脂類、架橋ポリ（スチレン－メタクリレート）樹脂類、ポリ（スチレン－ブタジエン）樹脂類、架橋ポリ（スチレン－ブタジエン）樹脂類、アルカリスルホン化－ポリエステル樹脂類、分枝アルカリスルホン化ポリエステル樹脂類、アルカリスルホン化－ポリイミド樹脂類、分枝アルカリスルホン化ポリイミド樹脂類、アルカリスルホン化ポリ（スチレン－アクリレート）樹脂類、架橋アルカリスルホン化ポリ（スチレン－アクリレート）樹脂類、ポリ（スチレン－メタクリレート）樹脂類、架橋アルカリスルホン化ポリ（スチレン－メタクリレート）樹脂類、アルカリスルホン化ポリ（スチレン－ブタジエン）樹脂類、架橋アルカリスルホン化ポリ（スチレン－ブタジエン）樹脂類などが挙げられる。実施形態では、例えば、特に望ましい樹脂はポリエステル、例えばスルホン化ポリエステルである。

【００１２】

本開示のプロセスおよび粒子のために選択したポリマ樹脂類の例示的な例としては、任意の様々なポリエステル類、例えば、ポリエチレン－テレフタレート、ポリプロピレン－テレフタレート、ポリブチレン－テレフタレート、ポリペンチレン－テレフタレート、ポリヘキサレン－テレフタレート、ポリヘプタデン－テレフタレート、ポリオクタレン－テレフタレート、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、ポリヘキサレン－アジペート、ポリヘプタデン－アジペート、ポリオクタレン－アジペート、ポリエチレン－グルタレート、ポリプロピレン－グルタレート、ポリブチレン－グルタレート、ポリペンチレン－グルタレート、ポリヘキサレン－グルタレート、ポリヘプタデン－グルタレート、ポリオクタレン－グルタレート、ポリエチレン－ピメラート、ポリプロピレン－ピメラート、ポリブチレン－ピメラート、ポリペンチレン－ピメラート、ポリヘキサレン－ピメラート、ポリヘプタデン－ピメラート、ポリ（プロポキシル化ビスフェノール－フマレート）、ポリ（プロポキシル化ビスフェノール－スクシネート）、ポリ（プロポキシル化ビスフェノール－アジペート）、ポリ（プロポキシル化ビスフェノール－グルタレート）、スパー（ＳＰＡＲ、商標）（ディキシーケミカルズ（Ｄｉｘｉｅ　Ｃｈｅｍｉｃａｌｓ））、ベコゾール（ＢＥＣＫＯＳＯＬ、商標）（レイキホルドケミカル（Ｒｅｉｃｈｈｏｌｄ　Ｃｈｅｍｉｃａｌ　Ｉｎｃ））、アラコテ（ＡＲＡＫＯＴＥ、商標）（チバガイギー社（Ｃｉｂａ－Ｇｅｉｇｙ　Ｃｏｒｐｏｒａｔｉｏｎ）、ヘトロン（ＨＥＴＲＯＮ、商標）（アシュランドケミカル（Ａｓｈｌａｎｄ　Ｃｈｅｍｉｃａｌ））、パラプレクス（ＰＡＲＡＰＬＥＸ、商標）（ローン＆ハース（Ｒｏｈｍ&Ｈａｓｓ）、ポリライト（ＰＯＬＹＬＩＴＥ、商標）（レイキホルドケミカル）、プラストハル（ＰＡＳＴＨＡＬＬ、商標）（ローン＆ハース（Ｒｏｈｍ&Ｈａｓｓ）、シガール（ＣＹＧＡＬ、商標）（アメリカンシアナミド（Ａｍｅｒｉｃａｎ　Ｃｙａｎａｍｉｄｅ）、アルムコ（ＡＲＭＣＯ、商標）（アルムココンポジット（Ａｒｍｃｏ　Ｃｏｍｐｏｓｉｔｅｓ）、アルポル（ＡＲＰＯＬ、商標）（アシュランドケミカル）、セラネクス（ＣＥＬＡＮＥＸ、商標）（セラネス　エング（Ｃｅｌａｎｅｓｅ　Ｅｎｇ）、リナイト（ＲＹＮＩＴＥ、商標）（デュポン、ＤｕＰｏｎｔ）、スチポル（ＳＴＹＰＯＬ、商標）（フリーマンケミカル社（Ｆｒｅｅｍａｎ　Ｃｈｅｍｉｃａｌ　Ｃｏｒｐｏｒａｔｉｏｎ））、それらの混合物などが挙げられる。この樹脂類はまた、官能化させることができ、例えば、カルボキシル化、スルホン化などをすることができ、特に、所望であれば、例えばナトリウムスルホン化することができる。

【００１３】

実施形態では、ナトリウムスルホン化ポリエステル樹脂などのスルホン化ポリエステル樹脂をトナー粒子において使用する。使用する場合、スルホン化ポリエステル樹脂は任意の所望のスルホン化度を有することができる。例えば、スルホン化度は約０．１～約１５％または約２０％、例えば、約０．３～約６％とすることができる。

【００１４】

ポリマ樹脂類の例示的な例としては、スチレンアクリレート類、スチレンメタクリレート類、ブタジエン類、イソプレン、アクリロニトリル、アクリル酸、メタクリル酸、ベーターカルボキシエチルアクリレート、ポリエステル類、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－イソプレン）、ポリ（メチルスチレン－イソプレン）、ポリ（メチルメタクリレート－イソプレン）、ポリ（エチルメタクリレート－イソプレン）、ポリ（プロピルメタクリレート－イソプレン）、ポリ（ブチルメタクリレート－イソプレン）、ポリ（メチルアクリレート－イソプレン）、ポリ（エチルアクリレート－イソプレン）、ポリ（プロピルアクリレート－イソプレン）、ポリ（ブチルアクリレート－イソプレン）、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）及びスチレン／ブチルアクリレート／カルボン酸ターポリマ類からなる群から選択されるもの及びそれらの混合物が挙げられる。

【００１５】
実施形態のラテックスポリマは結晶、アモルファス、またはそれらの混合物のいずれかとすることができる。このように、例えば、トナー粒子は結晶ラテックスポリマ、アモルファスラテックスポリマ、または２つもしくはそれ以上のラテックスポリマ類の混合物を含むことができ、ここで、１つまたは複数のラテックスポリマは結晶であり、１つまたは複数のラテックスポリマはアモルファスである。
【００１６】
結晶樹脂類は、多くの供給元から入手でき、重縮合プロセスにより、有機ジオール、および有機二酸を重縮合触媒の存在下で反応させることにより調製することができる。一般に、化学量論的に等モル比の有機ジオールおよび有機二酸を使用するが、有機ジオールの沸点が約１８０℃～約２３０℃であるいくつかの場合には、過剰のジオールを使用し、重縮合プロセス中に除去することができる。使用する触媒の量は変動し、例えば、樹脂の約０．０１～約１モル％の量で選択することができる。さらに、有機二酸の代わりに、有機ジエステルも選択することができ、その場合、アルコール副産物が生成する。
【００１７】
有機ジオール類の例としては、約２～約３６の炭素原子を有する脂肪族ジオール類、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－ヘキサンジオール、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－脂肪族ジオール類、例えばナトリウム２－スルホ－１，２－エタンジオール、リチウム２－スルホ－１，２－エタンジオール、カリウム２－スルホ－１，２－エタンジオール、ナトリウム２－スルホ－１，３－プロパンジオール、リチウム２－スルホ－１，３－プロパンジオール、カリウム２－スルホ－１，３－プロパンジオール、そ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４５～約５０モル％の量で選択され、アルカリスルホ－脂肪族ジオールは樹脂の約１～約１０モル％の量で選択することができる。
【００１８】
結晶ポリエステル樹脂類の調製のために選択される有機二酸類またはジエステル類の例としては、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、シクロヘキサンジカルボン酸、マロン酸およびメサコン酸、そのジエステルまたは無水物、およびアルカリスルホ－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－ジカルボキトキシベンゼン、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－スルホヘキサンジオール、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、またはそれらの混合物のナトリウム、リチウムまたはカリウム塩が挙げられる。有機二酸は、例えば、樹脂の約４０～約５０モル％の量で選択され、アルカリスルホ脂肪族二酸は樹脂の約１～約１０モル％の量で選択することができる。第３のラテックス分枝アモルファス樹脂のためにアルカリスルホン化ポリエステル樹脂を選択することができる。適したアルカリスルホン化ポリエステル樹脂の例としては、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－（プロポキシル化ビスフェノール－Ａ－フマレート）－コポリ（プロポキシル化ビスフェノール－Ａ－５－スルホ－イソフタレート）、コポリ（エトキシル化ビスフェノール－Ａ－フマレート）－コポリ（エトキシル化ビスフェノール－Ａ－５－スルホ－イソフタレート）、およびコポリ（エトキシル化ビスフェノール－Ａ－マレアート）－コポリ（エトキシル化ビスフェノール－Ａ－５－スルホ－イソフタレート）の金属またはアルカリ塩が挙げられ、ここで、アルカリ金属は例えば、ナトリウム、リチウムまたはカリウムイオンである。

【００１９】

結晶系ポリエステル樹脂類の例としては、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（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－スクシネート）、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－スクシネート）、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－スクシネート）、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－スクシネート）、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）、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）などが挙げられ、ここで、アルカリはナトリウム、リチウムまたカリウムの金属などである。実施形態では、アルカリ金属はリチウムである。

【００２０】

ラテックスポリマは固体を基本として、トナー粒子（すなわち、外部添加物を除くトナー粒子）の約７０～約９５重量％の量、例えばトナーの約７５～約８５重量％の量で存在してもよい。しかしながら、実施形態では、存在する他の材料の型および量によって、これらの範囲外の量を使用することができる。

【００２１】

選択したポリマを作製する際に使用するモノマ類は限定されず、使用されるモノマ類は、例えば、エチレン、プロピレンなどのうちの任意の１つまたは複数を含んでもよい。公知の連鎖移動剤、例えばドデカンチオールまたは四臭化炭素を使用して、ポリマの分子量特性を制御することができる。モノマ類からラテックスポリマを形成するための任意の適した方法を使用してもよく、制限はない。

【００２２】
ポリエステル樹脂ラテックスまたはエマルジョンは任意の適した手段により調製することができる。例えば、ラテックスまたはエマルジョンは、樹脂を獲得し、その樹脂をその融点まで加熱し、樹脂を、界面活性剤を含む水相中に分散させることにより調製することができる。分散は様々な分散装置、例えば、アルチマイザ、高速ホモジナイザ、などにより実施することができ、サブミクロンの樹脂粒子が提供される。ポリエステル樹脂ラテックスまたはエマルジョンを調製するための他の方法は、樹脂を溶媒中で可溶化する工程と、これを加熱水に添加し、溶媒をフラッシュ蒸発（ｆｌａｓｈ　ｅｖａｐｏｒａｔｅ）させる工程を含む。溶媒が蒸発するにつれエマルジョンが形成されるのを助けるために外部分散（ｅｘｔｅｒｎａｌ　ｄｉｓｐｅｒｓｉｏｎ）もまた使用することができる。他の手段または方法により調製したポリエステル樹脂エマルジョンもまた、トナー組成物の調製において使用することができる。

【００２３】
結晶ポリエステル樹脂などのポリエステル樹脂は、例えば、約３０℃～約１２０℃、または約３５℃～約９０℃、例えば約４０℃～約８０℃の様々な融点を有することができる。ポリエステル樹脂は、例えばゲル透過クロマトグラフィ（ＧＰＣ）で測定すると、約１，０００～約５０，０００、または約２，０００～約２５，０００の数平均分子量（M_n）を有してもよい。結晶ポリエステル樹脂の重量平均分子量（M_w）は、ゲル透過クロマトグラフィによりポリスチレン標準を使用して決定されるように、例えば、約２，０００～約１００，０００、および約３，０００～約８０，０００としてもよい。結晶ポリエステル樹脂の分子量分布（M_w／M_n）は例えば、約２～約６、より特定的には約２～約４としてもよい。

【００２４】
実施形態におけるポリエステル樹脂粒子は、約０．０１～約１０μｍの範囲、例えば約０．１～約０．３μｍの平均粒子直径を有する。

【００２５】
実施形態におけるポリエステル樹脂ラテックスはトナーラテックスの約５～約５０重量％、例えばトナーラテックスの約１０～約３０重量％または約１５重量％の量で存在する。しかしながら、これらの範囲外の量を使用することができる。

【００２６】
ラテックスポリマバインダの他に、本開示のトナーはまた、典型的には蝋分散物として提供される蝋を含み、この蝋分散物は単一型の蝋または２つまたはそれ以上の好ましくは異なる蝋の混合物とすることができる。単一の蝋をトナー調合物に添加し、例えば、特別なトナー特性、例えば、トナー粒子形状、トナー粒子表面上の蝋の存在および量、帯電および／または定着特性、光沢、剥離性（ｓｔｒｉｐｐｉｎｇ）、オフセット特性などを改善させることができる。また、蝋の組み合わせを添加し、トナー組成物に複数の特性を提供することができる。

【００２７】
蝋分散物を使用する場合、蝋分散物は乳化重合凝集トナー組成物において従来使用されている任意の様々な蝋類を含むことができる。蝋類の適した例としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエチレン／アミド、ポリエチレンテトラフルオロエチレン、およびポリエチレンテトラフルオロエチレン／アミドが挙げられる。他の例としては、例えば、ポリオレフィン蝋類、例えば、直線ポリエチレン蝋類および分枝ポリエチレン蝋類を含むポリエチレン蝋類、ならびに直線ポリプロピレン蝋類および分枝ポリプロピレン蝋類を含むポリプロピレン蝋類、パラフィン蝋類、フィッシャートロプシュ蝋類、アミン蝋類、シリコーン蝋類、メルカプト蝋類、ポリエステル蝋類、ウレタン蝋類、変性ポリオレフィン蝋類（例えば、カルボン酸－末端ポリエチレン蝋またはカルボン酸－末端ポリプロピレン蝋）、アミド蝋類、例えば脂肪族極性アミド官能性蝋類、ヒドロキシル化不飽和脂肪酸のエステル類を含む脂肪族蝋類、高酸蝋類、例えば高酸モンタン蝋類、微結晶蝋類、例えば原油の蒸留から誘導される蝋類、などが挙げられる。「高酸蝋類（ｈｉｇｈ　ａｃｉｄ

ｗａｘｅｓ）」は、高い酸量を有する蝋材料を意味する。実施形態では、蝋類は、所望のように結晶または非結晶とすることができるが、結晶蝋類が好ましい。「結晶ポリマ蝋類（ｃｒｙｓｔａｌｌｉｎｅ　ｐｏｌｙｍｅｒｉｃ　ｗａｘｅｓ）」は、結晶融点転移温度Tmにより特徴づけられる、ポリママトリクス内のポリマ鎖内の秩序配列を含むことを意味する。結晶融点は、ポリマサンプルの結晶ドメインの融点である。これは、ポリマ鎖がポリマ内のアモルファス領域に対し流れ始める温度を特徴づける、ガラス転移温度Ｔｇとは対照的である。

【００２８】

蝋をトナー中に組み入れるために、蝋は、水中の固体蝋の１つまたは複数の水性エマルジョンまたは分散物の形態であることが望ましく、ここで、固体蝋粒子サイズは通常、約１００～約５００ｎｍの範囲である。

【００２９】

トナー類は蝋を、例えば、乾燥ベースで、トナーの約３～約１５重量％の任意の量で含んでもよい。例えば、トナー類は約５～約１１重量％の蝋を含むことができる。

【００３０】

前記蝋は、組成物の総重量に対し、約５～約１５重量％の量で存在するアルキレン蝋であることが好ましい。

【００３１】

トナー類はまた少なくとも１つの着色剤を含む。例えば、本明細書で使用されるように着色剤または顔料としては、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。簡単にするために、本明細書で使用されるように「着色剤（ｃｏｌｏｒａｎｔ）」という用語は、特別な顔料または他の着色剤成分として特定されなければ、そのような着色剤、染料、顔料、および混合物を含むものとする。実施形態では、着色剤は顔料、染料、それらの混合物、カーボンブラック、磁鉄鉱、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、それらの混合物を、組成物の総重量の約１～約２５重量％の量で含む。他の有益な着色剤は、本開示に基づけば容易に明白になることを理解すべきである。

【００３２】

カーボンブラック、シアン、マゼンタおよび／またはイエロー着色剤などの着色剤は十分な量で組み入れられ、トナーに所望の色が付与される。一般に、顔料または染料は、固体を基本として、トナー粒子の約１～約３５重量％の量、例えば約５～約２５重量％、または約５～約１５重量％の量で使用される。しかしながら、実施形態では、これらの範囲外の量もまた使用することができる。

【００３３】

本開示のトナー類はまた、凝固剤、例えば一価金属凝固剤、二価金属凝固剤、ポリイオン凝固剤、などを含んでもよい。上記で記述されているように、様々な凝固剤が当技術分野において公知である。本明細書で使用されるように、「ポリイオン凝固剤（ｐｏｌｙｉｏｎ　ｃｏａｇｕｌａｎｔ）」は塩または酸化物、例えば、少なくとも３、望ましくは少なくとも４または５の原子価を有する金属種から形成される金属塩または金属酸化物である凝固剤を示す。このように、適した凝固剤としては、例えば、アルミニウムを基本とする凝固剤、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）などのポリハロゲン化アルミニウム、ポリスルホケイ酸アルミニウム（ＰＡＳＳ）などのポリケイ酸アルミニウム、ポリ水酸化アルミニウム、ポリリン酸アルミニウムなどが挙げられる。別の適した凝固剤としては、テトラアルキルチタネート類、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類、アルキル亜鉛、ジアルキル亜鉛、酸化亜鉛類、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が、それらに限定されない。凝固剤がポリイオン凝固剤である場合、凝固剤は任意の所望の数のポリイオン原子を有してもよい。例えば、実施形態における適したポリアルミニウム化合物は、化合物中に、約２～約１３、例えば約３～約８のアルミニウム

イオンを有する。

【００３４】

そのような凝固剤は、粒子凝集中にトナー粒子中に組み入れることができる。そのようなものとして、凝固剤は、外部添加物を除き（および、表面添加物としてその後に適用した追加の凝固剤を除くことを含む）、トナー粒子中に、乾燥重量に基づき、トナー粒子の０～約５重量％の量、例えば、トナー粒子の約０を超える～約３重量％の量で存在することができる。

【００３５】

下記で記述するように、追加の量の凝固剤材料を、形成したトナー粒子に、外部または表面添加物として適用する。そのような追加の凝固剤材料は、トナー粒子の形成の際に使用した（このように、バルクトナー粒子中に組み入れられた）凝固剤材料と同じ型とすることができ、または上記のものを含む、１つまたは複数の異なる種類の凝固剤材料とすることができる。

【００３６】

トナーはまた、追加の公知の正または負電荷添加物を適当な有効量、例えばトナーの約０．１～５重量％の量で含んでもよく、例えば、四級アンモニウム化合物、例えば、アルキルピリジニウムハロゲン化物類、ビスルフェート類、有機スルフェートおよびスルホネート組成物、例えば、米国特許第４，３３８，３９０号に開示されているもの、セチルピリジニウムテトラフルオロボラート類、ジステアリルジメチルアンモニウムメチルスルフェート、アルミニウム塩類または錯体などである。

【００３７】

また、乳化重合凝集手順によりトナーを調製する際には、１つまたは複数の界面活性剤をプロセスで使用してもよい。適した界面活性剤としては、アニオン、カチオンおよび非イオン界面活性剤が挙げられる。実施形態では、凝固剤の存在下で凝集プロセスを安定化するのを助けるにはアニオンおよび非イオン界面活性剤の使用が好ましく、そうでなければ、凝集が不安定になりうる。

【００３８】

アニオン界面活性剤としては、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、スルフェート類およびスルホネート類、アビチン酸、およびネオゲン（ＮＥＯＧＥＮ）商標のアニオン界面活性剤が挙げられる。適したアニオン界面活性剤の例は、第一工業製薬株式会社（Ｄａｉｉｃｈｉ　Ｋｏｇｙｏ　Ｓｅｉｙａｋｕ　Ｃｏ．Ｌｔｄ．）から入手可能なネオゲンＲＫまたはタイカ社（Ｔａｙｃａ　Ｃｏｒｐｏｒａｔｉｏｎ）（日本）から入手可能な、主に分枝ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムから構成されるタイカパワー（ＴＡＹＣＡ　ＰＯＷＥＲ）ＢＮ２０６０が挙げられる。

【００３９】

カチオン界面活性剤の例としてはジアルキルベンゼンアルキルアンモニウムクロリド、ラウリルトリメチルアンモニウムクロリド、アルキルベンジルメチルアンモニウムクロリド、アルキルベンジルジメチルアンモニウムブロミド、塩化ベンザルコニウム、セチルピリジニウムブロミド、C_{12}，C_{15}，C_{17}トリメチルアンモニウムブロミド類、四級化ポリオキシエチルアルキルアミン類のハロゲン化物塩、ドデシルベンジルトリエチルアンモニウムクロリド、アルカリルケミカルカンパニー（Ａｌｋａｒｉｌ　Ｃｈｅｍｉｃａｌ　Ｃｏｍｐａｎｙ）から入手可能なミラポール（ＭＩＲＡＰＯＬ）およびアルカクアット（ＡＬＫＡＱＵＡＴ）、花王ケミカル（Ｋａｏ　Ｃｈｅｍｉｃａｌｓ）から入手可能なサニソール（ＳＡＮＩＳＯＬ）（塩化ベンザルコニウム）などが挙げられる。適したカチオン界面活性剤の例は、花王社（Ｋａｏ　Ｃｏｒｐ．）から入手可能なサニソールＢ－５０であり、これは主にベンジルジメチルアルコニウムクロリドから構成される。

【００４０】

非イオン界面活性剤の例としては、ローンポーレンク社（Ｒｈｏｎｅ－Ｐｏｕｌｅｎｃ　Ｉｎｃ．）からイゲパル（ＩＧＥＰＡＬ）ＣＡ－２１０、イゲパルＣＡ－５２０、イゲ

パルＣＡ－７２０、イゲパルＣＯ－８９０、イゲパルＣＯ－７２０、イゲパルＣＯ－２９０、イゲパルＣＡ－２１０、アンタロックス（ＡＮＴＡＲＯＸ）８９０およびアンタロックス８９７として入手可能な、ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸、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）エタノールが挙げられる。適した非イオン界面活性剤の例は、ローンポーレンク社から入手可能なアンタロックス８９７であり、これは主にアルキルフェノールエトキシレートから構成される。

【００４１】

ｐＨを増加させ、このように、凝集粒子をイオン化し、これにより凝集物に安定性を付与し、凝集物のサイズが増加するのを阻止するのに使用される塩基の例は、特に、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化アンモニウム、水酸化セシウムなどから選択することができる。

【００４２】

使用することができる酸の例としては、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、などが挙げられ、これらの酸は、実施形態では、水の約０．５～約１０重量％の範囲、または水の約０．７～約５重量％の範囲の希釈形態で使用される。

【００４３】

乳化重合凝集トナー粒子を形成する際には、任意の適した乳化重合凝集手順を使用してもよく、制限はない。これらの手順は典型的には、ポリマバインダと、１つまたは複数の着色剤と、１つまたは複数の蝋と、１つまたは複数の界面活性剤と、必要に応じて用いる凝固剤と、１つまたは複数の追加の添加物とを含むエマルジョンを少なくとも凝集させ、凝集物を形成させ、その後、凝集物を合一または融合させ、その後、得られた乳化重合凝集トナー粒子を回収し、必要に応じて洗浄し、必要に応じて乾燥させる基本的なプロセス工程を含む。トナー粒子はまた、洗浄、分離などの前後で、追加の量の凝固剤材料で処理され、所望の摩擦電気帯電特性が提供される。

【００４４】

この実施形態では、トナープロセスは、ポリマラテックスを、蝋と着色剤分散物の存在下で混合することによりトナー粒子を形成させる工程を含み、例えば、ポリトロン（ｐｏｌｙｔｒｏｎ）などにより高速でブレンドする間に、必要に応じて凝固剤が添加される。得られた混合物は、例えば、約２．０～約３．０のｐＨを有し、ポリマ樹脂Ｔｇより低い温度まで加熱されることにより凝集し、トナーサイズの凝集物が得られる。必要に応じて、形成した凝集物に追加のラテックスを添加し、形成した凝集物上にシェルを提供することができる。混合物のｐＨをその後、例えば、水酸化ナトリウム溶液をｐＨが約７．０に到達するまで添加することにより変化させる。混合物の温度をその後、樹脂Ｔｇを超えるまで、例えば約９５℃まで上昇させる。約３０分後、混合物のｐＨを、さらに加熱すると凝集物が合一または融合し複合粒子が得られるのに十分な値、例えば約４．５まで減少させる。融合粒子について、例えば、シスメックス（Ｓｙｓｍｅｘ）ＦＰＩＡ２１００アナライザを用いて、所望の形状が達成されるまで、形状係数または円形度を測定することができる。

【００４５】

混合物を室温（約２０℃～約２５℃）まで冷却させ、必要に応じて洗浄し、界面活性剤を除去する。その後、トナーを必要に応じて乾燥させる。

【００４６】

トナー粒子が形成されると直ちに、トナー粒子を、外部または表面添加物として追加の量の凝固剤材料で表面処理する。これは、例えば、トナー粒子形成後かつトナー粒子単離

前または単離後に、追加の凝固剤材料を形成したトナー粒子と混合することにより実施することができる。好都合なことに、トナー粒子がいったん形成されると、追加の量の凝固剤材料により、トナー粒子はさらに、認識可能な凝集または合一を起こさず、このため、認識可能な粒子サイズ変化は起こらない。凝固剤は、単純にｐＨを調整することにより活性化または不活性化することができ、凝固剤イオンの堆積は、容易に制御することができ、粒子サイズとなることはない。その代わりに、凝固剤材料はトナー粒子表面と、例えば、化学結合、水素結合などにより相互作用し、トナー粒子表面に付着し、トナー粒子摩擦電荷を変化させる。例えば、トナー粒子を、スルホン化ポリエステル樹脂を用いて形成させた場合、ポリエステル表面の負に帯電したスルホン化基が凝固剤のポリマＡｌイオンのためのアンカーまたは部位として作用する。

【００４７】

実施形態では、任意の所望の量の追加の凝固剤を、トナー粒子への外部または表面添加物として適用することができる。例えば、添加する凝固剤の量は、必要とされる摩擦電荷変化度により直接決定することができる。すなわち、トナー粒子の最初の摩擦電荷、および所望の最終摩擦電荷により、添加する凝固剤の量は、経験的に、または簡単な実験により容易に決定することができる。さらに、トナー粒子表面上に存在する残留凝固剤の量は、例えば、最初にトナー粒子を凍結乾燥させ、その後、誘電結合プラズマを使用してアルミニウム量（直接凝固剤の量に関連する）を測定することにより、測定することができる。

【００４８】

このように、例えば、最初に負に摩擦電気で帯電させたトナーを、形成されたトナー粒子への表面添加物として添加する追加の凝固剤材料の量を増加させることにより、より負に帯電させ、中性に帯電させ、または正に帯電させることができる。このように、添加した凝固剤材料は、トナー粒子中に存在する負電荷を中和し、それらの電荷を鎮め、またはより正の電荷で阻止する。このように追加の凝固剤を使用すると、トナー粒子の摩擦電気帯電特性を選択または調整することができる（ｄｉａｌｉｎｇ－ｉｎ　ｏｒ　ｔｕｎｉｎｇ）。さらに、その摩擦電気帯電特性の選択または調整は、異なるトナー粒子に対し変更することができ、異なる添加物材料に基づいて全トナー調合物を再設計する必要はない。

【００４９】

そのような追加の量の凝固剤は、任意の所望の量でトナー粒子中に組み入れることができる。例えば、適した組み入れ量は、乾燥重量を基本にすると、トナー粒子の約０．００１～約１０重量％、例えば、乾燥重量を基本にすると、トナー粒子の約０．０１または約０．１～約３または約５重量％とすることができる。当然、所望のように、これらの範囲外の量を使用することができる。

【００５０】

本開示のトナー粒子は、トナー粒子上に外部添加物が存在しないとき、下記の物理特性を有するように製造することができる。

【００５１】

トナー粒子は、周知のＢＥＴ法で測定すると、約１．３～約６．５m^2／ｇの表面積を有することができる。例えば、シアン、イエローおよびブラックトナー粒子では、ＢＥＴ表面積は２m^2／ｇ未満、例えば約１．４～約１．８m^2／ｇとすることができ、マゼンタトナーでは、約１．４～約６．３m^2／ｇとすることができる。

【００５２】

トナー粒子サイズを制御し、トナー中の細かいトナー粒子および粗いトナー粒子の両方の量を制限することもまた、望ましい。１つの実施形態では、トナー粒子は、非常に狭い粒子サイズ分布を有し、約１．１５～約１．３０、または約１．２５未満のより下限数比率幾何標準偏差（ＧＳＤ）を有する。本開示のトナー粒子はまた、上限体積幾何標準偏差（ＧＳＤ）が約１．１５～約１．３０、例えば約１．１８～約１．２２、または１．２５未満の範囲であるサイズを有することができる。本開示のトナー粒子のこれらのＧＳＤ値は、トナー粒子が非常に狭い粒子サイズ分布を有するように製造されていることを示す。

【００５３】
形状係数はまた、トナーが最適機械性能を達成することができることと関連する制御プロセスパラメータである。トナー粒子は約１０５～約１７０、例えば約１１０～約１６０の形状係数、ＳＦ１＊ａを有することができる。走査型電子顕微鏡観察（ＳＥＭ）を使用してＳＥＭによるトナーの形状係数分析を決定し、および画像解析（ＩＡ）を試験する。平均粒子形状を、下記形状係数（ＳＦ１＊ａ）式を使用することにより定量化する。

$$SF1^{*}a = 100\pi d^{2} / (4A)$$

ここで、Ａは粒子の面積であり、ｄはその主軸である。完全に円形または球形の粒子はまさに１００の形状係数を有する。形状係数ＳＦ１＊ａは形状がより不規則に、または細長くなり、より表面積が大きくなるにしたがい増加する。形状係数ＳＦを測定する他に、粒子円形度を測定する別の測定基準を、規則ベースで使用する。これは、粒子形状を定量化するより速い方法である。使用した機器はシスメクス（Ｓｙｓｍｅｘ）製のＦＰＩＡ－２１００である。完全に円形の球では、円形度は１．０００である。トナー粒子は、約０．９２０～０．９９０、例えば約０．９４０～約０．９７５の円形度を有することができる。

【００５４】
前述の他に、本開示のトナー粒子はまた、下記レオロジー特性および流動特性を有する。第１に、各々、当技術分野で公知のゲル透過クロマトグラフィ（ＧＰＣ）により決定されるように、トナー粒子は下記分子量値を有することができる。トナー粒子のバインダは、約１５，０００ダルトン～約９０，０００ダルトンの重量平均分子量Ｍｗを有することができる。

【００５５】
概して、実施形態のトナー粒子は、約１７，０００～約６０，０００ダルトンの範囲の重量平均分子量（Ｍｗ）、約９，０００～約１８，０００ダルトンの数平均分子量（Ｍｎ）、および約２．１～約１０のＭＷＤを有する。ＭＷＤはトナー粒子のＭｗのＭｎに対する比率であり、ポリマの多分散性、または幅の指標である。シアンおよびイエロートナーでは、実施形態のトナー粒子は約２２，０００～約３８，０００ダルトンの重量平均分子量（Ｍｗ）、約９，０００～約１３，０００ダルトンの数平均分子量（Ｍｎ）、および約２．２～約１０のＭＷＤを示すことができる。ブラックおよびマゼンタでは、実施形態のトナー粒子は約２２，０００～約３８，０００ダルトンの重量平均分子量（Ｍｗ）、約９，０００～約１３，０００ダルトンの数平均分子量（Ｍｎ）、および約２．２～約１０のＭＷＤを示すことができる。

【００５６】
さらに、所望であれば、トナーは、ラテックスバインダの分子量と、乳化重合凝集手順に従い得られるトナー粒子の分子量との間で特定の関係を有することができる。当技術分野において理解されるように、バインダは処理中に架橋を受け、架橋度はプロセス中に制御することができる。その関係は、バインダに対する分子ピーク値に対し、最もよく見られる。分子ピークは重量平均分子量の最も高いピークを示す値である。本開示では、バインダは約２２，０００～約３０，０００ダルトン、例えば約２２，５００～約２９，０００ダルトンの範囲の分子ピーク（Ｍｐ）を有することができる。そのようなバインダから調製したトナー粒子はまた、例えば、約２３，０００～約３２，０００、例えば約２３，５００～約３１，５００ダルトンの高い分子ピークを示し、これにより、分子ピークは、着色剤などの別の成分ではなくバインダの特性により促進されることが示される。

【００５７】
トナー粒子は、形成後、外部添加物とブレンドすることができる。任意の適した表面添加物を実施形態では使用してもよい。SiO_2、金属酸化物、例えば、TiO_2およびアルミニウム酸化物、および潤滑剤、例えば、脂肪酸の金属塩（例えば、ステアリン酸亜鉛（ＺｎＳｔ）、ステアリン酸カルシウム）、または長鎖アルコール類、例えばユニリン（ＵＮＩＬＩＮ）７００の１つまたは複数が外部表面添加物として最も適している。一般に、トナー流動、摩擦増強、混合制御、現像および転写安定性の改善ならびににより高いトナ

ーブロッキング温度のために、シリカをトナー表面に適用する。相対湿度（ＲＨ）安定性の改善、摩擦制御ならびに現像および転写安定性の改善のためにTiO_2を適用する。必要に応じて、ステアリン酸亜鉛もまた、本開示のトナーのための外部添加物として使用され、ステアリン酸亜鉛は潤滑特性を提供する。ステアリン酸亜鉛は、潤滑特性により、現像剤導電性および摩擦増強を提供する。さらに、ステアリン酸亜鉛により、トナーとキャリヤ粒子との間の接触数が増加するため、より高いトナー帯電および帯電安定性が可能となる。ステアリン酸カルシウムおよびステアリン酸マグネシウムは同様の機能を提供する。実施形態では、フェロコーポレーション（Ｆｅｒｒｏ　Ｃｏｒｐｏｒａｔｉｏｎ）から入手される、ジンクステアレート（Ｚｉｎｃ　Ｓｔｅａｒａｔｅ）Ｌとして公知の市販のステアリン酸亜鉛を使用することができる。外部表面添加物はコーティングと共に、またはコーティング無しで使用することができる。

【００５８】

実施形態では、トナーは、例えば、約０．１～約５重量のチタニアと、約０．１～約８重量％のシリカと、約０．１～約４重量％のステアリン酸亜鉛と、を含む。

【００５９】

本開示のトナー粒子は、必要に応じて、トナー粒子をキャリヤ粒子と混合することにより、調合して現像剤組成物とすることができる。本開示にしたがい調製したトナー組成物と混合するために選択することができるキャリヤ粒子の例示的な例としては、トナー粒子の極性とは反対の極性の電荷を摩擦電気的に得ることができる粒子が挙げられる。したがって、１つの実施形態では、キャリヤ粒子は、正に帯電されたトナー粒子がキャリヤ粒子に付着し、それらを取り囲むように、負の極性を有するように選択されてもよい。そのようなキャリヤ粒子の例示的な例としては、鉄、鉄合金類、鋼、ニッケル、鉄フェライト類、例えばストロンチウム、マグネシウム、マンガン、銅、亜鉛などを組み入れたフェライト類、マグネタイト類、などが挙げられる。さらに、キャリヤ粒子として、米国特許第３，８４７，６０４号（この開示内容全体が、参照により本明細書に全体として組み入れられる）に開示されているような、凹凸が繰り返された表面により特徴づけられ、これにより粒子にかなり大きな外表面積が提供されたニッケルの球状キャリヤビーズを含むニッケルベリーキャリヤを選択することができる。他のキャリヤが米国特許第４，９３７，１６６号および同第４，９３５，３２６号において開示されており、この開示は参照により全体が本明細書に組み入れられる。

【００６０】

選択したキャリヤ粒子をコーティングと共に、またはコーティング無しで使用することができ、コーティングは一般に、アクリルおよびメタクリルポリマ類、例えば、メチルメタクリレート、フルオロポリマ類またはモノアルキルもしくはジアルキルアミン類とのアクリルおよびメタクリルコポリマ類、フルオロポリマ類、ポリオレフィン類、ポリスチレン類、例えばポリビニリデンフルオリド樹脂類、スチレンとメチルメタクリレートとシラン、例えばトリエトキシシランのターポリマ類、テトラフルオロエチレン類、他の公知のコーティングなどを含む。

【００６１】

キャリヤ粒子は、トナー粒子と、様々な、適した組み合わせで混合することができる。トナー濃度は通常、約２～約１０重量％のトナーと約９０～約９８重量％のキャリヤである。しかしながら、異なるトナーおよびキャリヤの割合を使用して、所望の特性を有する現像剤組成物を達成してもよい。

【００６２】

本開示のトナーは静電複写（電子写真を含む）画像形成法において使用することができる。このように、例えば、本開示のトナーまたは現像剤は、例えば、摩擦電気的に帯電させることができ、フォトレセプタまたはイオノグラフィ受容体などの画像形成部材上の反対に帯電された潜像に適用させることができる。得られたトナー画像はその後、直接、または中間転写部材を介して、紙または透明シートなどの支持体に転写させることができる。トナー画像はその後、熱および／または圧力を適用することにより、例えば加熱フュー

ザロールを用いて支持体に定着させることができる。

【００６３】

本開示のトナーは、電子写真用途以外の用途を含む、トナーを用いた画像の形成のための任意の適した手順において使用してもよい。

【実施例】

【００６４】

（比較例１）

乳化重合／凝集プロセスにより調製された従来のトナー組成物は、凝集合一プロセス後、母液中で得られる。基本／制御（ｂａｓｅ／ｃｏｎｔｒｏｌ）トナーを洗浄し、そのまま凍結乾燥させた。生成した基本トナーは５％のシアン１５：３顔料と、９％のカルナウバ蝋と、６４．５％の分枝スルホン化ポリエステル樹脂と、２１．５％の結晶樹脂とを含んだ。分岐アモルファス樹脂の結晶樹脂に対する比率は７５：２５であった。トナー粒子を７０℃で合一させた。トナースラリーをその後４４℃で１６時間アニールし、その後、室温で自冷させた。

【００６５】

（実施例１および２）

比較例１の２バッチの基本／制御トナーを追加の凝固剤で後処理した。実施例１は０．０８ｐｐｈのポリ塩化アルミニウム（ＰＡＣ）で処理し、実施例２は０．１４ｐｐｈのＰＡＣで処理した。

【００６６】

両方の処理サンプルに対し、微粒子を含む母液を、ビーカーの底に沈んだトナーケーキからデカントさせた。沈んだトナーを１．０リットルの脱イオン水中で再スラリー化させ、３０分間撹拌し、その後、３μｍの濾紙でコートしたブフナー漏斗を通して濾過した。濾液の溶液導電率を測定すると、１０マイクロジーメンス（μＳ）／ｃｍ未満となり、これによりイオン量が著しく減少し、ＰＡＣ処理を妨害しないことが示されるまで、この手順を繰り返した。これには通常、約４～５洗浄／濾過サイクルが必要であった。トナーケーキを５００ｍｌの脱イオンミリポア（Ｍｉｌｌｉｐｏｒｅ）精製水中に再分散させ、３７℃まで加熱した。スラリーのｐＨを７．０に調整し、ＰＡＣがｐＨ６～８で安定な（不活性－Ａｌ（ＯＨ）$_3$形態）ため、ＰＡＣを系に添加しても、制御できないトナー凝集が起きないようにした。ＰＡＣをトナースラリーに酸性硝酸溶液（１００ｇの乾燥トナーあたり、０．０８または０．１４ｇのＰＡＣを含む約１２～１５ｇの１Ｍ　HNO_3溶液）として添加した。硝酸のために、スラリーのｐＨは３．９～４．０まで降下し、ＰＡＣの活性は硝酸溶液中に存在する（Al^{3+}）形態として維持された。ＰＡＣを徐々に滴下したので、酸性ＰＡＣの添加によりスラリーｐＨがより酸性になるにつれ、錯化が徐々に開始した。そのため、ＰＡＣは、別個の粒子を共に凝集させることなく、制御された様式で、トナー表面と反応し／トナー表面に付着した。これらの結果は、コールターカウンタ粒子サイズトレースにより証明された。全てのＰＡＣを添加すると直ちに、処理トナーを２時間３７℃で（加熱撹拌プレート上４５０ｒｐｍ）加熱した。冷却後、粒子を濾過し、再スラリー化した。この手順を１～２回、濾液の溶液導電率が、測定すると約１５μＳ／ｃｍとなり、洗浄手順が十分であることが示されるまで、さらに繰り返した。トナーケーキを３００ｍｌの脱イオン水に再分散させ、７２時間にわたり凍結乾燥させた。トナーの最終乾燥収率は理論収率の９９％であると推定される。

【００６７】

＜トナー抵抗率の測定＞

１ｇの親トナーサンプルを、２８℃および８５％ＲＨの環境チャンバ内で一晩中調整した。次の日、水圧プレスを備えたピストンおよびシリンダ導電率セルを用いて、２５００ＰＳＩ圧でサンプルをプレスしペレット形態とした。プレスしたトナーサンプルの抵抗を高抵抗計で１０ｖ電位を用いて測定した。ペレットの長さをデジタルキャリパを用いて測定し、圧縮サンプルの抵抗率を計算した。

【００６８】

＜帯電測定＞

０．５ｇの親トナーサンプルと１０ｇの３５μｍ溶液コートキャリヤとを用いて現像剤サンプルを調製した。二組の現像剤サンプル対を、評価する各トナーに対し調製した。その対の１つの現像剤は、一晩中２８℃、８５％ＲＨで調整し、もう一方は一晩中１０℃、１５％ＲＨで調整した。次の日、現像剤サンプルを密閉し、１時間ターブラ（Ｔｕｒｂｕｌａ）ミキサを用いて撹拌した。１時間混合した後、トナーの摩擦電荷を、電荷スペクトログラフを用いて測定した。トナー電荷（ｑ／ｄ）はトナー電荷分布の中点として視覚的に測定した。電荷を零線からの変位（ｄｉｓｐｌａｃｅｍｅｎｔ）ミリメートルとして報告する。

【００６９】

＜結果＞

下記表に示した帯電結果により、ＰＡＣ負荷がトナー表面上で０（比較例１）～０．０８ｐｐｈ（実施例１）～０．１４ｐｐｈ（実施例２）まで増加するにつれ、電荷は高い負～低い負～最終的には低い正に変化することが証明される。アルミニウム量はＰＡＣ量に伴い増加し、Ａｌがトナー表面上に存在することが証明される。抵抗率は最小のＰＡＣ負荷で増加するが、０．１４ｐｐｈ　ＰＡＣ処理で再び降下する。コールターカウンタ結果（$Ｄ_{５０}$）から、最小粒子成長が存在することが示される。

【００７０】

【表１】

	比較例1	実施例1 (0. 08pph)	実施例2 (0. 14pph)
電荷 (28℃／85%RH)	−3. 0mm	−1. 5mm	+0. 6mm
電荷 (10℃／15%RH)	−26. 9mm	−15. 0mm	+3. 4mm
抵抗率 (Ω・cm)	1.3×10^{12}	1.1×10^{13}	1.6×10^{12}
Al量(ICP経由)	11ppm	103ppm	523ppm
粒子サイズ(D_{50})	5. 90μm	6. 03μm	6. 48μm
体積GSD	1. 24	1. 25	1. 26
数GSD	1. 30	1. 33	1. 36

フロントページの続き

(72)発明者　ラジ　ディ　パテル
カナダ　オンタリオ　オークビル　ペン　ストリート　２０５１
(72)発明者　ミカエル　エス　ホーキンス
カナダ　オンタリオ　ケンブリッジ　ヒルクレスト　ドライブ　１４

審査官　井口　猶二

(56)参考文献　特開２００５－２２７７８０（ＪＰ，Ａ）
特開２００５－２６６５６５（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｇ０３Ｇ　　９／０８７
Ｇ０３Ｇ　　９／０８