

(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102073230 B

(45) 授权公告日 2013. 03. 06

(21) 申请号 201010553711. 3

EP 0542286 A1, 1993. 05. 19,

(22) 申请日 2010. 11. 19

审查员 何莉莉

(30) 优先权数据

61/263, 494 2009. 11. 23 US

(73) 专利权人 东芝泰格有限公司

地址 日本东京

(72) 发明人 荒木聪

(74) 专利代理机构 北京康信知识产权代理有限
责任公司 11240

代理人 余刚 吴孟秋

(51) Int. Cl.

G03G 9/08 (2006. 01)

G03G 9/113 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101144992 A, 2008. 03. 19,

JP 2006133549 A, 2006. 05. 25,

US 2009/0087767 A1, 2009. 04. 02, 说明书第

1-12 页.

EP 1041447 A1, 2000. 10. 04,

EP 0932084 A1, 1999. 07. 28,

权利要求书 1 页 说明书 13 页 附图 3 页

(54) 发明名称

电子照相用色调剂

(57) 摘要

本发明公开了一种可消色电子照相用色调剂。该可消色电子照相用色调剂含有呈色性化合物、显色剂、粘合剂树脂以及脱模剂, 并且, 在 25℃下, 使色调剂与 pH5. 5 ~ 7 的水以质量比为 1 : 10 的方式分散后的 pH 为 6 ~ 9。

	D50(μm)	色调剂的分散 pH	金属盐残留量[%]	发色圈浓度	消色性	HH/LL 带电量比[%]
实施例 1	9.8	6.5	0.3	0.7	○	75
实施例 2	8.5	6.9	0	0.8	○	79
实施例 3	10.1	7.5	0.8	0.8	○	67
实施例 4	9.8	6.2	0.1	1.0	○	82
实施例 5	9.8	6.7	0.8	0.7	○	51
比较例 1	9.8	9.2	0.8	0.2	○	32
比较例 2	12.1	5.7	1.8	0.8	×	67
比较例 3	10.3	6.3	1.4	0.7	×	78

1. 一种可消色电子照相用色调剂,其特征在于,

所述可消色电子照相用色调剂含有呈色性化合物、显色剂、粘合剂树脂以及脱模剂,并且,在 25℃下,使色调剂与 pH 5.5 ~ 7 的水以质量比为 1:10 的方式分散后的 pH 为 6 ~ 9,

所述可消色电子照相用色调剂还含有酸性金属盐,

色调剂中所含有的酸性金属盐的含量比的上限为 1 质量 %。

2. 根据权利要求 1 所述的可消色电子照相用色调剂,其特征在于,在 25℃下,使色调剂与 pH 5.5 ~ 7 的水以质量比为 1:10 的方式分散后的 pH 为 6 ~ 7.5。

3. 根据权利要求 1 所述的可消色电子照相用色调剂,其特征在于,

所述可消色电子照相用色调剂是通过使至少胶囊化所述呈色性化合物和所述显色剂而形成的微粒与至少含有所述粘合剂树脂的微粒在分散介质中凝集和融合而生成。

4. 根据权利要求 2 所述的可消色电子照相用色调剂,其特征在于,

所述可消色电子照相用色调剂是通过使至少胶囊化所述呈色性化合物和所述显色剂而形成的微粒与至少含有所述粘合剂树脂的微粒在分散介质中凝集和融合而生成。

5. 根据权利要求 3 所述的可消色电子照相用色调剂,其特征在于,

所述可消色电子照相用色调剂是通过将使至少胶囊化所述呈色性化合物和所述显色剂而形成的微粒与至少含有所述粘合剂树脂的微粒融合所得到的粒子洗涤至滤液在 25℃下的 pH 值为 6 ~ 9 而生成。

6. 根据权利要求 4 所述的可消色电子照相用色调剂,其特征在于,

所述可消色电子照相用色调剂是通过将使至少胶囊化所述呈色性化合物和所述显色剂而形成的微粒与至少含有所述粘合剂树脂的微粒融合所得到的粒子洗涤至滤液在 25℃下的 pH 值为 6 ~ 9 而生成。

7. 根据权利要求 5 所述的可消色电子照相用色调剂,其特征在于,

所述可消色电子照相用色调剂是通过洗涤至所述滤液的导电率为 10 μ S/cm 以下而生成。

8. 根据权利要求 6 所述的可消色电子照相用色调剂,其特征在于,

所述可消色电子照相用色调剂是通过洗涤至所述滤液的导电率为 10 μ S/cm 以下而生成。

电子照相用色调剂

[0001] 相关申请的交叉参考

[0002] 本专利申请基于并要求于 2009 年 11 月 23 日提交的美国临时申请 61/263494 的优先权权益,将其全部内容结合于此,作为参考。

技术领域

[0003] 本发明涉及针对通过消色操作能够使形成在存储介质上的图像消去的电子照相用色调剂的技术。

背景技术

[0004] 含有呈色性化合物、显色剂,根据需要还含有消色剂,并且通过消色可以使形成在存储介质上的图像消去的色调剂的制备方法,通常采用了混炼粉碎法。熔融混炼法是这样方法:将粘合剂树脂、呈色性化合物、显色剂、蜡等脱模剂、电荷控制剂等熔融混炼,并在冷却之后,进行微粉碎、分级,进而制备所期望的色调剂粒子。

[0005] 然而,为了高画质化,一直在寻求色调剂的小粒径化,但采用混炼粉碎法在小粒径化方面具有局限性。

发明内容

[0006] 为解决上述问题,本发明的发明者们进行了锐意的研究。

[0007] 根据本发明的第一方面,本发明的可消色电子照相用色调剂含有呈色性化合物、显色剂、粘合剂树脂以及脱模剂,并且,在 25℃ 下,使色调剂与 pH 5.5 ~ 7 的水以质量比为 1 : 10 的方式分散后的 pH 为 6 ~ 9。

附图说明

[0008] 图 1 是用于说明残留的 pH 调整剂或者酸性金属盐的影响的示意图。

[0009] 图 2 是本实施方式的电子照相用色调剂制备方法的一个实例涉及的处理流程。

[0010] 图 3 是表示实施例的色调剂的特性的表。

具体实施方式

[0011] 下面,参照附图说明实施方式。

[0012] 一直以来,可消色色调剂是采用混炼粉碎法进行制备的。但是,混炼粉碎法在色调剂的小粒径化方面具有局限性。

[0013] 于是,作为制备方法的一个例子,本发明者构想了经由使呈色性化合物以及显色剂与粘合剂树脂在分散介质中凝集和融合(融着)的工艺进行制备。

[0014] 另一方面,对于该种凝集,能够将硫酸镁、硫酸铝等一价或者多价酸性金属盐(以下也仅称为金属盐)用作凝集剂。另外,为了控制凝集和融合的速度,也可以在分散介质中添加 pH 调整剂或者表面活性剂。

[0015] 但是,在这种情况下,由于受到残存在色调剂中的在凝集、融合工艺中使用的酸性金属盐或者 pH 调整剂的酸性部分的影响,有时无法充分地消去图像,另外,残存在色调剂中的表面活性剂有时使色调剂环境变化不良。

[0016] 使用图 1 来具体说明金属盐和 pH 调整剂的影响。在图 1 中,11 为可消色色调剂,13 为显色剂,15 为呈色性化合物。另外,17 为显色剂 13 和呈色性化合物 15 被胶囊化而形成的微粒。另外,21 为 pH 调整剂,23 为金属盐。并且,31 表示键。此外,33 为基材。

[0017] 如图 1 所示,对含有显色剂 13 和呈色性化合物 15 被胶囊化后的微粒 17 的色调剂 11 进行定影处理,从而在基材 33 上形成图像。此时,显色剂 13 和呈色性化合物 15 结合,呈色性化合物处于发色状态。

[0018] 另外,当对基材 33 进行基于加热的消色操作时,则显色剂 13 和呈色性化合物 15 解离,从而能够使颜色消失、消去图像。

[0019] 但是,如果在色调剂中残留了金属盐 23 或者 pH 调整剂 21,则有时这些金属盐 23 或者 pH 调整剂 21 在消色操作时会与一部分呈色性化合物 15 反应,而使这部分呈色性化合物 15 维持发色状态。于是,其结果,有时即使进行消色操作,也无法充分地消去图像。

[0020] 于是,本发明的发明者进行了锐意的研究,其结果发现:在 25℃下,对于 pH 5.5 ~ 7 的水,通过使色调剂以与该水的质量比为 1 : 10 的方式分散后的 pH(以下也仅称为分散 pH) 为 6 ~ 9,从而能够抑制消去操作时呈色性化合物与残存在色调剂中的金属盐或者 pH 调整剂结合,并且能够抑制残存在色调剂中的表面活性剂,因而能够充分地消去图像,并且能够得到环境变化良好的色调剂。此外,该分散 pH 值优选为 6 ~ 7.5。

[0021] 在色调剂的分散 pH 值不到 6 时,与处于该范围内(pH 值为 6 ~ 7.5)的情况相比,不能够抑制消色操作时隐色染料与酸性金属盐反应。因此,与处于范围内的情况相比,无法使图像浓度降低。

[0022] 另外,色调剂的分散 pH 值大于 9 时,与处于范围内(pH 值为 6 ~ 7.5)的情况相比,吸湿性变强,因而色调剂的环境变化将显著地变大。其结果,例如,在使用该色调剂生成图像时,有时该图像变得不鲜明。

[0023] 而且,在本实施方式的色调剂中,能够将酸性金属盐用作凝集剂。此时,所含有的酸性金属盐的比例的上限,优选相对于色调剂为 1 质量%。通过将酸性金属盐在色调剂中的比例设定为小于等于 1 质量%,能够进一步降低在消色处理时的色调剂浓度。另外,与处于范围内的情况相比,在定影时色调剂的熔融粘度上升了而且使色调剂电阻变小而使其带电特性变差了,因而优选 1 质量%以下。

[0024] 此外,在本实施方式中,所谓酸性金属盐是指溶解在水中时 pH 呈酸性的金属盐。作为酸性金属盐,具体而言,可以列举为:硫酸钠、磷酸氢二钠或者硫酸镁、硫酸铝等强酸与弱碱组合的金属盐。这些金属盐例如可以在凝集、融合工艺中用作凝集剂,例如,在该凝集、融合工艺中多半混入到色调剂中。

[0025] 此外,金属盐含量的下限并没有特别限制,例如,可以设置为 0。换言之,能够构成为实质上不含金属盐。

[0026] 首先,说明本实施方式的色调剂的构成。

[0027] 本实施方式的色调剂含有着色剂、粘合剂树脂以及脱模剂。此外,在本实施方式中,所谓着色剂是指赋予色调剂以颜色的一种化合物或者组合物。在本实施方式中,着色剂

具有呈色性化合物和显色剂。

[0028] 呈色性化合物是一种在结合时从显色剂接受质子的供电子性化合物。在本实施方式中,呈色性化合物并没有特别限制,而可以由本领域普通技术人员适当设定,例如,可以使用隐色染料。作为隐色染料,例如,可以列举出二苯甲烷苯酞类、苯基吡啶苯酞类、吡啶苯酞类、二苯甲烷重氮苯酞类、苯基吡啶重氮苯酞类、茚烷类、苯乙烯基喹啉类(スチリノキノリン類)、二重氮罗丹明内酯类等。

[0029] 具体而言,可以为 3,3-双(p-二甲基氨基苯基)-6-二甲基氨基苯酞、3-(4-二乙基氨基苯基)-3-(1-乙基-2-甲基吡啶-3-基)苯酞、3,3-双(1-正丁基-2-甲基吡啶-3-基)苯酞、3,3-双(2-乙氧基-4-二乙基氨基苯基)-4-重氮苯酞、3-(2-乙氧基-4-二乙基氨基苯基)-3-(1-乙基-2-甲基吡啶-3-基)-4-重氮苯酞、3-[2-乙氧基-4-(N-乙基苯氨基)苯基]-3-(1-乙基-2-甲基吡啶-3-基)-4-重氮苯酞、3,6-二苯氨基茚烷、3,6-二甲氧基茚烷、3,6-二正丁氧基茚烷、2-甲基-6-(N-乙基-N-对甲苯氨基)茚烷、2-N,N-二苄氨基-6-二乙基氨基茚烷、3-氯代-环己基氨基茚烷、2-甲基-6-环己基氨基茚烷、2-(2-氯代苯氨基)-6-二正丁氨基茚烷、2-(3-(三氟甲基苯氨基)-6-二乙基氨基茚烷、2-(N-甲基苯氨基)-6-(N-乙基-N-对甲苯氨基)茚烷、1,3-二甲基-6-二乙基氨基茚烷、2-氯-3-甲基-6-二乙基氨基茚烷、2-苯氨基-3-甲基-6-二乙基氨基茚烷、2-苯氨基-3-甲基-6-二正丁基氨基茚烷、2-二甲苯氨基-3-甲基-6-二乙基氨基茚烷(2-キシリジノ-3-メチル-6-ジエチルアミノフルオラン)、1,2-苯并-6-二乙基氨基茚烷、1,2-苯并-6-(N-乙基-N-异丁氨基)茚烷、1,2-苯并-6-(N-乙基-N-异戊氨基)茚烷、2-(3-甲氧基-4-十二烷氧基苯乙基)喹啉、2-(二乙氨基)-8-(二乙氨基)-4-甲基-螺[5H-(1)苯并吡喃并[2,3-D]嘧啶-5,1'(3'H)-异苯并呋喃]-3'-酮(スピロ(5H-(1)ベンゾピラノ(2,3-d)ピリミジン-5,1'(3'H)イソベンゾフラン)-3'-オン、2-(ジエチルアミノ)-8-(ジエチルアミノ)-4-メチル-)、2-(二正丁氨基)-8-(二正丁氨基)-4-甲基-螺[5H-(1)苯并吡喃并[2,3-D]嘧啶-5,1'(3'H)-异苯并呋喃]-3'-酮(スピロ(5H-(1)ベンゾピラノ(2,3-d)ピリミジン-5,1'(3'H)イソベンゾフラン)-3'-オン、2-(ジ-n-ブチルアミノ)-8-(ジ-n-ブチルアミノ)-4-メチル-)、2-(二正丁氨基)-8-(二乙氨基)-4-甲基-螺[5H-(1)苯并吡喃并[2,3-D]嘧啶-5,1'(3'H)-异苯并呋喃]-3'-酮(スピロ(5H-(1)ベンゾピラノ(2,3-d)ピリミジン-5,1'(3'H)イソベンゾフラン)-3'-オン、2-ジ-n-ブチルアミノ)-8-(ジエチルアミノ)-4-メチル-)、2-(二正丁氨基)-8-(N-乙基-N-异戊基氨基)-4-甲基-螺[5H-(1)苯并吡喃并[2,3-D]嘧啶-5,1'(3'H)-异苯并呋喃]-3'-酮(スピロ(5H-(1)ベンゾピラノ(2,3-d)ピリミジン-5,1'(3'H)イソベンゾフラン)-3'-オン、2-(ジ-n-ブチルアミノ)-8-(ジ-n-ブチルアミノ)-4-メチル-)、2-(二正丁氨基)-8-(N-エチル-N-i-アミルアミノ)-4-メチル-)、2-(二正丁氨基)-8-(二正丁氨基)-4-苯基-螺[5H-(1)苯并吡喃并[2,3-D]嘧啶-5,1'(3'H)-异苯并呋喃]-3'-酮(スピロ(5H-(1)ベンゾピラノ(2,3-d)ピリミジン-5,1'(3'H)イソベンゾフラン)-3'-オン、2-(ジ-n-ブチルアミノ)-8-(ジ-n-ブチルアミノ)-4-フェニル)、3-(2-甲氧基-4-二甲基氨基苯基)-3-(1-丁基-2-甲基吡啶-3-基)-4,5,6,7-四氯苯酞、3-(2-乙氧基-4-二乙基氨基苯基)-3-(1-乙基-2-甲基吡啶-3-基)-4,5,6,7-四氯苯酞、3-(2-乙氧基-4-二乙基氨基苯基)-3-(1-戊基-2-甲基吡啶-3-基)-4,5,6,7-四

氯苯酞等。而且,还能够列举出吡啶类、喹唑啉类、双喹唑啉类化合物等。这些化合物可以 2 种以上混合使用。

[0030] 在本实施方式中所使用的显色剂是一种将质子供给隐色染料等呈色性化合物的吸电子性化合物。例如,显色剂有酚类、金属酚盐类、羧酸金属盐类、芳香族羧酸以及碳原子数 2 ~ 5 的脂肪族羧酸、二苯甲酮类、磺酸类、磺酸盐、磷酸类、磷酸金属盐类、酸性磷酸酯类、酸性磷酸酯金属盐类、亚磷酸类、亚磷酸金属盐类、单酚类、多酚类、1,2,3- 三唑及其衍生物等,还可以列举出作为其取代基而具有烷基、芳基、酰基、烷氧羰基、羧基及其酯或者酰胺基、卤素等的化合物以及双酚、三酚等、酚醛缩合树脂等还有它们的金属盐类。这些化合物可以 2 种以上混合使用。

[0031] 具体而言,具有:苯酚、邻甲酚、叔丁基邻苯二酚(ターシヤリーブチルカテコール)、壬基苯酚、正辛基苯酚、正十二烷基苯酚、正十八烷基苯酚、对氯苯酚、对溴苯酚、邻苯基苯酚、对羟基苯甲酸丁酯、对羟基苯甲酸辛酯、对羟基苯甲酸苯甲酯、诸如 2,3- 二羟基苯甲酸、3,5- 二羟基苯甲酸甲酯等二羟基苯甲酸或其酯、间苯二酚、没食子酸、没食子酸十二酯、没食子酸乙酯、没食子酸丁酯、没食子酸丙酯、2,2- 双(4- 羟基苯基)丙烷、4,4'- 二羟基二苯砜、1,1- 双(4- 羟基苯基)乙烷、2,2- 双(4- 羟基-3- 甲基苯基)丙烷、4,4'- 二羟基二苯硫醚、1- 苯基-1,1- 双(4- 羟基苯基)乙烷、1,1- 双(4- 羟基苯基)-3- 甲基丁烷、1,1- 双(4- 羟基苯基)-2- 甲基丙烷、1,1- 双(4- 羟基苯基)正己烷、1,1- 双(4- 羟基苯基)-正庚烷、1,1- 双(4- 羟基苯基)正辛烷、1,1- 双(4- 羟基苯基)正壬烷、1,1- 双(4- 羟基苯基)正癸烷、1,1- 双(4- 羟基苯基)正十二烷、2,2- 双(4- 羟基苯基)丁烷、2,2- 双(4- 羟基苯基)乙基丙基酯(2,2- ビス(4- ヒドロキシフェニル)エチルプロピオネート)、2,2- 双(4- 羟基苯基)-4- 甲基戊烷、2,2- 双(4- 羟基苯基)六氟丙烷、2,2- 双(4- 羟基苯基)正庚烷、2,2- 双(4- 羟基苯基)正壬烷、2,4- 二羟基苯乙酮、2,5- 二羟基苯乙酮、2,6- 二羟基苯乙酮、3,5- 二羟基苯乙酮、2,3,4- 三羟基苯乙酮、2,4- 二羟基二苯甲酮、4,4'- 二羟基二苯甲酮、2,3,4- 三羟基二苯甲酮、2,4,4'- 三羟基二苯甲酮、2,2',4,4'- 四羟基二苯甲酮、2,3,4,4'- 四羟基二苯甲酮、2,4'- 双酚、4,4'- 双酚、4-[(4- 羟基苯基)甲基]-1,2,3- 苯三酚、4-[(3,5- 二甲基-4- 羟基苯基)甲基]-1,2,3- 苯三酚、4,6- 双[(3,5- 二甲基-4- 羟基苯基)甲基]-1,2,3- 苯三酚、4,4'-[1,4- 亚苯基双(1- 甲基亚乙基)双(苯-1,2,3- 三酚)]、4,4'-[1,4- 亚苯基双(1- 甲基亚乙基)双(1,2- 苯二酚)]、4,4',4''- 亚乙基三苯酚、4,4'- (1- 甲基亚乙基)双酚、亚甲基- 对甲酚。

[0032] 对构成本实施方式涉及的色调剂的粘合剂树脂并没有特别限制,而可以由本领域普通技术人员适当设定。

[0033] 例如,该粘合剂树脂能够使用二元羧酸成分与二元醇成分经过酯化反应缩聚得到的聚酯树脂和聚苯乙烯树脂。

[0034] 其中,作为二元羧酸成分,可以列举出对苯二甲酸、邻苯二甲酸、间苯二甲酸等芳香族二元羧酸;富马酸、马来酸、琥珀酸、己二酸、癸二酸、戊二酸、庚二酸、草酸、丙二酸、柠康酸、衣康酸等脂肪族羧酸等。

[0035] 另外,作为二元醇成分,能够列举出乙二醇、丙二醇、1,4- 丁二醇、1,3- 丁二醇、1,5- 戊二醇、1,6- 己二醇、新戊二醇、1,3- 丙二醇、三羟甲基丙烷、季戊四醇等脂肪族二元醇;1,4- 环己二醇、1,4- 环己烷二甲醇等脂环族二元醇;双酚 A 等的环氧乙烷或者环氧丙烷的

加成物等。

[0036] 另外,也可以使用 1,2,4- 苯三甲酸(偏苯三酸)和丙三醇等 3 元以上的多元羧酸和多元醇成分,使上述的聚酯成分成为交联结构。

[0037] 在本实施方式的色调剂中,也可以混合使用组成不同的 2 种以上的聚酯树脂。

[0038] 另外,在本实施方式的色调剂中,聚酯树脂为非结晶性和结晶性均可。

[0039] 另外,作为聚苯乙烯类树脂,优选使用由芳香族乙烯成分与(甲基)丙烯酸酯成分共聚而得到的树脂。作为芳香族乙烯成分,可以给出苯乙烯、 α - 甲基苯乙烯、*o*- 甲基苯乙烯、对氯苯乙烯等。作为丙烯酸酯成分,可以给出丙烯酸乙酯、丙烯酸丙酯、丙烯酸丁酯、丙烯酸-2- 乙基己酯、甲基丙烯酸丁酯、甲基丙烯酸乙酯、甲基丙烯酸甲酯等。其中,一般使用丙烯酸丁酯。作为聚合方法,一般采用乳化聚合法,通过将各成分的单体在含有乳化剂的水相中进行自由基聚合而得到。

[0040] 此外,聚酯树脂和聚苯乙烯类树脂的玻璃转化温度优选大于等于 30℃ 而小于等于 55℃。如果玻璃转化温度低于 30℃,则附有色调剂的部分会发出不自然的光泽,并且色调剂的保存性也会变差。另一方面,如果玻璃转化温度高于 55℃,则不能够得到低温定影性。

[0041] 聚酯类树脂的重均分子量(重量平均分子量)Mw 优选为大于等于 5000 而小于等于 30000。另一方面,聚苯乙烯类树脂的重均分子量 Mw 更加优选为大于等于 10000 而小于等于 70000。如果重均分子量 Mw 不到 5000(对于聚苯乙烯类树脂而言为 10000),则与处于上述范围内的情况相比,色调剂的耐热保存性下降。另外,如果重均分子量 Mw 大于 30000(对于聚苯乙烯类树脂而言为 70000),则与处于上述范围内的情况相比,由于定影温度变高,因而根据抑制定影处理中的耗电量的观点而并不优选。

[0042] 对于可以在色调剂中含有的脱模剂,并没有特别限制。例如,可以列举出低分子量聚乙烯、低分子量聚丙烯、聚烯烃共聚物;诸如聚烯烃蜡、微晶蜡、石蜡、费托蜡这样的脂肪烃类蜡;诸如氧化聚乙烯蜡这样的脂肪烃类蜡的氧化物或者它们的嵌段共聚物;诸如坎地里拉蜡、巴西棕榈蜡、日本蜡、荷荷巴蜡、米蜡这样的植物类蜡;诸如蜂蜡、羊毛脂、鲸蜡这样的动物类蜡;诸如地蜡、精地蜡、软蜡这样的矿物类蜡;诸如褐煤酸酯蜡、蓖麻蜡这样的以脂肪酸酯为主要成分的蜡;诸如脱氧巴西棕榈蜡这样的将脂肪酸酯部分或者全部脱氧化后得到的蜡等。而且,还可以列举出诸如棕榈酸、硬脂酸、褐煤酸或者具有更长链烷基的长链烷基羧酸类这样的饱和直链脂肪酸;诸如巴西烯酸、桐油酸、帕里拉油酸这样的不饱和脂肪酸;诸如十八烷醇、二十烷醇、二十二烷醇、巴西棕榈醇、二十六烷醇、三十烷醇或者具有更长链烷基的长链烷基醇这样的饱和醇;诸如山梨糖醇这样的多元醇;诸如亚油酸酰胺、油酸酰胺、月桂酸酰胺这样的脂肪酸酰胺;诸如亚甲基双硬脂酸酰胺、乙撑双癸酸酰胺、乙撑双月桂酸酰胺、六亚甲基双硬脂酸酰胺这样的饱和脂肪酸双酰胺;诸如乙撑双油酸酰胺、六亚甲基双油酸酰胺、N, N' - 二(十八烯基)己二酸酰胺(N, N' - ジオレイルアジピン酸アミド)、N, N' - 二(十八烯基)癸二酰胺(N, N' - ジオレイルセバシン酸アミド)这样的不饱和脂肪酸酰胺类;诸如间二甲苯双硬脂酸酰胺、N, N' - 二硬脂基间苯二甲酸酰胺这样的芳香族类双酰胺;诸如硬脂酸钙、月桂酸钙、硬脂酸锌、硬脂酸镁这样的脂肪酸金属盐(一般称为金属皂);使用诸如苯乙烯或者丙烯酸之类的烯类单体使脂肪烃类蜡接枝化得到的蜡;诸如二十二烷酸单甘油酯这样的脂肪酸与多元醇的部分酯化物;通过对植物性油脂进行加氢而得到的具有羟基的甲基酯类化合物。

[0043] 另外,在根据本实施方式的色调剂中,也可以含有消色剂、电荷控制剂以及外部添加剂等其他成分或者使这些成分保持在色调剂的表面上。

[0044] 消色剂是一种具有消色作用的物质,其通过与显色剂优先相溶而减少呈色性化合物与显色剂之间的相互作用,从而进行消色,在本实施方式中,可以使用众所周知的消色剂。本实施方式的色调剂即使在不含有消色剂的情况下通过加热也可以消色,但是,通过含有该消色剂,能够更快速地进行消色处理。

[0045] 该消色剂例如能够包含在后面将要说明的呈色性化合物与显色剂被胶囊化后的微粒中。

[0046] 作为电荷控制剂,可以使用金属偶氮化合物,优选使用金属元素为铁、钴、铬的络合物、络盐或者它们的混合物。另外,作为电荷控制剂,也能够使用含金属水杨酸衍生物化合物。在使用水杨酸金属衍生物化合物时,优选为该金属元素为铅、锌、铬、硼的络合物、络盐或者它们的混合物。通过混合该电荷控制剂,能够控制摩擦带电的电荷量。

[0047] 另外,作为外部添加剂而言,例如,为了调整流动性或者带电性,可以向色调剂粒子中外加并混合 0.01 质量%~20 质量%的无机微粒。作为这种无机微粒,可以单独或者 2 种以上混合使用二氧化硅、二氧化钛、氧化铝、钛酸锶、氧化锡等。从提高环境稳定性的观点,无机微粒优选使用经过疏水化剂表面处理过的无机微粒。另外,除了这种无机氧化物以外,为了提高清洁性,也可以外加 1 μm 以下的树脂微粒。

[0048] 此外,构成色调剂的各成分的含量比并没有特别限制,而可以由本领域的普通技术人员适当设定。

[0049] 接下来,使用图 2 的流程来说明本实施方式的色调剂制备方法中的工艺的一例。

[0050] 首先,在 Act101 中,制备呈色性化合物与显色剂被胶囊化后的微粒的分散液(以下,也称作第 1 分散液)。

[0051] 该制备能够通过使按照周知的微囊方法生成的微粒分散于水等分散介质中而进行。作为能够采用的方法,具体能够列举出凝聚法、表面聚合法、原位聚合法、喷雾干燥法等方法。更具体而言,该制备能够按照特开昭 60-264285 号公报中所记载的方法进行。

[0052] 在制备第 1 分散液之前,通过加热预先使呈色性化合物与显色剂结合而成为发色状态,进而能够构成着色剂。该着色剂的构成过程可以按照周知的方法进行。

[0053] 接着,在 Act102 中,制备含有粘合剂树脂与脱模剂的微粒的分散液(以下,也称作第 2 分散液)。该第 2 分散液能够通过例如在分散介质中,使用聚酯树脂与脱模剂利用基于机械剪切的机械乳化法生成微粒而得到。作为其他的形式,能够使用分散有苯乙烯-丙烯树脂等乳化聚合微粒和脱模剂的分散液,或者使用使通过转相乳化法溶解于有机溶剂的粘合剂树脂析出而得到的粒子与脱模剂的分散液。

[0054] 接下来,混合第 1 分散液与第 2 分散液,对呈色性化合物与显色剂被胶囊化后的微粒和含有粘合剂树脂与脱模剂的微粒进行凝集处理(Act103)。然后,对凝集的微粒进行融合处理(Act104)。

[0055] 在 Act103 中,首先,在混合第 1 分散液与第 2 分散液之后,一边加热、搅拌,一边添加凝集剂。然后,通过对混合后的分散液进一步加热来进行凝集处理。凝集剂的种类、添加量可以根据呈色性化合物、显色剂、粘合剂树脂等的种类或者在分散液中提供给凝集处理的微粒的分散稳定性、融合后所得到的凝集粒子的粒径等,由本领域的普通技术人员适当

设定。另外，凝集处理中的加热温度也能够根据呈色性化合物、显色剂、粘合剂树脂等的种类，由本领域的普通技术人员适当设定。

[0056] 作为凝集剂，例如，能够使用氯化钠、氯化钾、氯化锂、硫酸钠等 1 价金属盐；氯化镁、氯化钙、硫酸镁、硝酸钙、氯化锌、氯化亚铁、硫酸亚铁等 2 价金属盐；硫酸铝、氯化铝等 3 价金属盐。

[0057] 接下来，在 Act104 中，通过加热来提高粘合剂树脂的流动性，从而使凝集的微粒融合。

[0058] 融合处理中的加热温度能够根据所使用的粘合剂树脂的种类（具体而言，是所使用的粘合剂树脂的玻璃转化温度 T_g ）进行设定。更具体而言，可以在该粘合剂树脂的玻璃转化温度以上且消色开始的温度（结合着的呈色性化合物和显色剂解离并开始消色的温度）以下的范围内适当设定。

[0059] 此外，在要含有消色剂等其他成分时，例如，可以在生成呈色性化合物与显色剂被胶囊化后的微粒的阶段或者进行凝集处理的阶段进行混合。

[0060] 另外，根据粘合剂树脂的种类或者固形物浓度、凝集剂的种类不同，也有时同时进行凝集和融合。

[0061] 而且，例如，为了加快凝集和融合的进程，或者为了控制融合生成的粒子（也称为融合粒子）的形状，可以添加 pH 调整剂或者表面活性剂。

[0062] 就凝集和融合处理的一个例子来说，首先，混合第 1 分散液与第 2 分散液，并对该混合分散液进行加热，使其温度变为 40°C 。接着，一边搅拌一边向该混合分散液中添加作为凝集剂的硫酸铝。然后，一边搅拌混合分散液，一边缓慢地升高分散液的温度，并保持在 80°C 下，从而得到融合粒子。该融合粒子的粒径能够形成为例如 10 微米。

[0063] 此外，在本实施方式中，使脱模剂混合在了含有粘合剂树脂的微粒中，但并不限于这种情况。例如，也可以在 Act103 的凝集过程中，将脱模剂添加至混合后的分散液中，进而加入到所生成的色调剂中。

[0064] 然后，在 Act105 中，对所得到的融合粒子进行洗涤、干燥，进而生成色调剂。根据需要，可以向所生成的色调剂中外加外部添加剂。

[0065] 在本实施方式中，对用于洗涤的装置并没有特别限制，例如，优选使用离心分离装置或者压滤机等。另外，作为洗涤液，能够使用水、离子交换水、精制水、被调整为酸性的水或者被调整为碱性的水等。

[0066] 在该洗涤过程中，反复进行洗涤过滤，得到含水滤饼（含水ケーキ）。在这里，进行洗涤时，洗涤到洗涤时的滤液（以下，也称作洗涤滤液）在 25°C 下的 pH 为 6 ~ 9 为止。由此，能够使所得到的色调剂的分散 pH 变为 6 ~ 9。而且，此时，在 25°C 下的洗涤滤液的导电率上限优选为 $10\ \mu\text{S}/\text{cm}$ 。此外，对于导电率的下限并没有特别限制，而根据与用于洗涤的洗涤水的关系，例如，可以形成为 $0.05\ \mu\text{S}/\text{cm}$ 。

[0067] 所得到的含水滤饼通过气流干燥机、振动干燥机、烤炉等任意的干燥方法干燥至水分含量为 1 质量%程度，形成为干燥体。该干燥体利用任意的的方法粉碎（解碎），成为色调剂。在该色调剂中，能够使用二氧化硅、氧化钛等进行外部添加处理。

[0068] 此外，在本实施方式中，将呈色性化合物和显色剂进行了胶囊化了，但并不限于此。

[0069] 本实施方式的色调剂与通常的色调剂同样,与载体混合构成为显影剂,装载于诸如 MFP (Multi Function Peripheral, 多功能外围设备) 等图像形成装置上,用于向存储介质上形成图像。

[0070] 在图像形成工序中,以定影温度对转印至存储介质上的由本实施方式的色调剂形成的色调剂图像进行加热,其结果,树脂熔融并浸透至存储介质,然后,该树脂固化,从而在存储介质上形成图像(定影处理)。

[0071] 另外,形成在存储介质上的图像能够通过进行色调剂的消色处理而消去。具体的消色处理能够通过如下过程进行:以消色开始温度以上的加热温度对形成有图像的存储介质进行加热,从而使结合着的呈色性化合物与显色剂解离。

[0072] (实施例)

[0073] 接下来,通过下述所示的实施例来更详细地说明本实施方式的色调剂。然而,本发明并不受下述实施例的任何限制。

[0074] 实施例 1

[0075] 1. 制备第 1 分散液

[0076] 将由隐色染料 3-(2-乙氧基 4-二乙基氨基苯基)-3-(1-乙基-2-甲基吡啶-3-基)-4-氮杂苯酐 (3-(2-エトキシ-4-ジエチルアミノフェニル)-3-(1-エチル-2-メチルインドール-3-イル)-4-アザフタリド) 1 重量份、显色剂 2,2-双(4-羟基苯基)六氟丙烷 5 重量份、作为消色剂的庚二酸与 2-(4-苯甲氧基苯基)乙醇的二元酯化合物 50 重量份构成的成分加温溶解,再将混合了胶囊化剂芳香族多异氰酸酯预聚物 20 重量份、乙酸乙酯 40 重量份的溶液倒入到了 250 份 8% 聚乙烯醇水溶液中。然后,进行了乳化分散,在 90℃ 下持续搅拌了 1 个小时,然后,添加了反应剂水溶性改性脂肪族胺(水溶性脂肪族变性アミン) 2 重量份,再将液体温度保持为 90℃ 并持续搅拌了大约 3 个小时,得到了无色的胶囊粒子。然后,将该胶囊粒子分散体放入至冷库中并使其发色,得到了蓝色的发色粒子 A 分散体。利用岛津制作所制造的 SALD7000 对该发色粒子 A 进行了测量,其体积平均粒径为 2 μm。另外,完全消色温度 Th 为 79℃,完全发色温度 Tc 为 -10℃。

[0077] 2. 制备含有粘合剂树脂的微粒的分散液

[0078] 将作为粘合剂树脂的聚酯树脂 94 重量份(玻璃转化温度 45℃、软化点 100℃)、脱模剂米腊 5 重量份、电荷控制剂保土谷化学工业生产(TN-105) 1 重量份在干式混合机中进行了均匀混合,然后,用双轴混炼机池贝铁工所制造 PCM-45 在 80℃ 下进行了熔融混炼。用针磨机将所得到的色调剂组合物粉碎为了过 2mm 筛,再用 BANTAM 研磨机将其粉碎成平均粒径 50 μm。

[0079] 接着,将表面活性剂十二烷基苯磺酸钠 0.9 重量份、pH 调整剂二甲胺基乙醇(ジメチルアミノエタノール) 0.45 重量份与离子交换水 68.65 重量份混合,并将色调剂组合物的粉碎物 30 重量份分散于了该水溶液中,进行了真空脱泡,得到了分散液。

[0080] 接下来,使用如下设置的 NANO3000(美粒公司制造):将浸在油浴中的 12m 热交换用高压配管作为加热部、将含有联装了 0.13 μm 和 0.28 μm 的喷嘴的高压配管作为加压部、将联装了具有 0.4 μm、1.0 μm、0.75 μm、1.5 μm、1.0 μm 孔径的池(cell)的中压配管作为减压部、将可通过自来水冷却的 12m 热交换配管作为冷却部,并在 180℃、150MPa 下对分散液进行了微粒化处理,并一边保持 180℃,一边进行了减压,然后,冷却至 30℃,得到了色调

剂成分粒子 R 分散体。利用岛津制作所制造的 SALD7000 对所得到的粒子进行了测量,其体积平均粒径为 $0.5\ \mu\text{m}$ 。

[0081] 3. 凝集、融合工艺

[0082] 将发色粒子 A 分散体 1.7 重量份、色调剂成分粒子 R 分散体 15 重量份、离子交换水 83 重量份混合,并一边用匀质机(IKA 制造)以 6500rpm 的转速进行搅拌,一边添加了硫酸铝水溶液 5%水溶液 5 重量份。然后,一边在设置有桨叶的 1L 搅拌槽中以 800rpm 的转速进行搅拌,一边升温至 40°C 。在 40°C 下放置了 1 个小时,然后,添加了 10%的聚羧酸钠盐水溶液 10 份,加热至 68°C ,并在放置了 1 个小时之后,冷却,得到了蓝色的色调剂分散液 C。

[0083] 4. 洗涤、干燥、外部添加处理工艺

[0084] 将该色调剂分散液 C 进行了过滤,并进行了基于总量 1670 重量份的离子交换水的洗涤。洗涤完成时的滤液的导电率(使用导电率仪 ES-51(日本堀场制作所制造)进行测定,以下同)为 $8\ \mu\text{S}/\text{cm}$ 。另外,洗涤滤液在 25°C 下的 pH 为 6.8(其他的实施例和比较例也为同样的条件)。然后,用真空干燥机使色调剂粒子干燥至含水率为小于等于 1.0 重量%,得到了干燥粒子。

[0085] 干燥后,作为添加剂,使疏水性二氧化硅 2 重量份、氧化钛 0.5 重量份附着于色调剂粒子表面上,得到了可消色色调剂。使用美国贝克曼库尔特公司(コールター社) Multisizer 3 测量了粒径,50%体积平均粒径 D_v 为 $9.8\ \mu\text{m}$ 。另外,测量了所得到的色调剂的分散 PH,结果为 6.5。另外,色调剂中的金属盐含量为 0.3%。

[0086] 5. 评价

[0087] 将所得到的色调剂与利用硅树脂进行了涂覆的铁素体载体混合,并使用东芝泰格株式会社制造的 MFP(e-studio 4520c)进行了图像输出。将定影器温度设置为 70°C ,送纸速度调整为 $30\text{mm}/\text{sec}$,得到了形成有图像浓度为 0.7 的发色图像的纸张。

[0088] 将定影器温度设置为了 150°C ,并以 $200\text{mm}/\text{sec}$ 的送纸速度传送了形成有所得到的图像的纸张,并确认了可以得到鲜明的消去图像。

[0089] 另外,在 LL 环境下(温度: 10°C ,湿度:20%,以下同)和 HH 环境下(温度: 30°C ,湿度:80%,以下同),将所得到的色调剂与利用硅树脂进行了涂覆的铁素体载体混合,并测量了带电量,其带电量比为 $\text{HH}/\text{LL} = 75\%$ 。该带电量比优选为 50%以上,更优选为 65%以上。如果该带电量比不到 50%,则色调剂的环境依存性变大,不能够控制在 LL 环境下的显影量,或者在 HH 环境下发生了色调剂飞溅。

[0090] 实施例 2

[0091] 将发色粒子 A 分散体 1.7 重量份、色调剂成分粒子 R 分散体 15 重量份、离子交换水 83 重量份混合,并一边用匀质机(IKA 制造)以 6500rpm 的转速进行搅拌,一边添加了盐酸水溶液 5%水溶液 10 份,然后,一边在设置有桨叶的 1L 搅拌槽中以 800rpm 的转速进行搅拌,一边升温至 40°C 。在 40°C 下放置了 1 个小时,然后,添加了二甲胺基乙醇 5%水溶液 10 重量份,加热至 70°C ,放置了 1 个小时之后,冷却,得到了蓝色的色调剂分散液。

[0092] 接着,过滤该色调剂分散液,并进行了基于总量 1000 重量份的离子交换水的洗涤。洗涤完成时的滤液的导电率为 $7\ \mu\text{S}/\text{cm}$ 。另外,洗涤滤液的 pH 为 7.5。然后,用真空干燥机使色调剂粒子干燥至含水率为 1.0 质量%以下,得到了干燥粒子。

[0093] 干燥后,作为添加剂,使疏水性二氧化硅 2 重量份、氧化钛 0.5 重量份附着于色调

剂粒子表面上,得到了可消色色调剂。使用美国贝克曼库尔特公司 Multisizer 3 测量了粒径,50%体积平均粒径 D_v 为 $8.5\ \mu\text{m}$ 。另外,测量了所得到的色调剂的分散 PH,结果为 6.9。另外,色调剂中的金属盐含量为 0%。

[0094] 将所得到的色调剂与涂覆有硅树脂的铁素体载体混合,并使用东芝泰格株式会社制造的 MFP(e-studio 4520c) 进行了图像输出。将定影器温度设置为 70°C ,送纸速度调整为 30mm/sec ,得到了形成有图像浓度为 0.8 的发色图像的纸张。

[0095] 将定影器温度设置为了 150°C ,并以 200mm/sec 的送纸速度传送了形成有所得到的图像的纸张,确认了可以得到鲜明的消去图像。

[0096] 另外,在 LL 环境下和 HH 环境下,将所得到的色调剂与涂覆有硅树脂的铁素体载体混合,测量了带电量,其带电量比为 $\text{HH/LL} = 79\%$ 。

[0097] 实施例 3

[0098] 将发色粒子 A 分散体 1.7 重量份、色调剂成分粒子 R 分散体 15 重量份、离子交换水 83 重量份混合,并一边用匀质机(IKA 制造)以 6500rpm 的转速进行搅拌,一边添加了硫酸铝水溶液 5%水溶液 5 份,然后,一边在设置有桨叶的 1L 搅拌槽中以 800rpm 的转速进行搅拌,一边升温至 40°C 。在 40°C 下放置了 1 个小时,然后,添加了二甲胺基乙醇 5%水溶液 10 份,加热至 68°C ,放置了 1 个小时之后,冷却,得到了蓝色的色调剂分散液。

[0099] 接着,过滤该色调剂分散液,并进行了基于总量 1000 重量份的离子交换水的洗涤。洗涤完成时的滤液的导电率为 $15\ \mu\text{S/cm}$ 。另外,洗涤滤液的 pH 为 7.7。然后,用真空干燥机使色调剂粒子干燥至含水率为 1.0 重量%以下,得到了干燥粒子。

[0100] 干燥后,作为添加剂,使疏水性二氧化硅 2 重量份、氧化钛 0.5 重量份附着于色调剂粒子表面上,得到了可消色色调剂。采用美国贝克曼库尔特公司 Multisizer 3 测量了粒径,50%体积平均粒径 D_v 为 $10.1\ \mu\text{m}$ 。另外,测量了所得到的色调剂的分散 pH,结果为 7.5。另外,色调剂中的金属盐含量为 0.8%。

[0101] 将所得到的色调剂与利用硅树脂进行了涂覆的铁素体载体混合,使用东芝泰格株式会社制造的 MFP(e-studio 4520c) 进行了图像输出。将定影器温度设置为 70°C ,送纸速度调整为 30mm/sec ,得到了形成有图像浓度为 0.8 的发色图像的纸张。

[0102] 将定影器温度设置为了 150°C ,并以 200mm/sec 的送纸速度传送了形成有所得到的图像的纸张,确认了可以得到鲜明的消去图像。

[0103] 另外,在 LL 环境下和 HH 环境下,将所得到的色调剂与利用硅树脂进行了涂覆的铁素体载体混合,测量了带电量,其带电量比为 $\text{HH/LL} = 67\%$ 。

[0104] 实施例 4

[0105] 除进行了基于 3000 重量份的离子交换水的洗涤之外,通过与实施例 1 同样的方法制备了色调剂。此时,洗涤完成时的滤液的导电率为 $1\ \mu\text{S/cm}$ 。另外,洗涤滤液的 pH 为 6.2。然后,用真空干燥机使色调剂粒子干燥至含水率为 1.0 重量%以下,得到了干燥粒子。

[0106] 干燥后,作为添加剂,使疏水性二氧化硅 2 重量份、氧化钛 0.5 重量份附着于色调剂粒子表面上,得到了可消色色调剂。采用美国贝克曼库尔特公司 Multisizer 3 测量了粒径,50%体积平均粒径 D_v 为 $9.8\ \mu\text{m}$ 。另外,测量了所得到的色调剂的分散 pH,结果为 6.3。另外,色调剂中的金属盐含量为 0.1%。

[0107] 将所得到的色调剂与利用硅树脂进行了涂覆的铁素体载体混合,使用东芝泰格株

式会社制造的 MFP(e-studio 4520c) 进行了图像输出。将定影器温度设置为 70℃, 送纸速度调整为 30mm/sec, 得到了形成有图像浓度为 1.0 的发色图像的纸张。

[0108] 将定影器温度设置为了 150℃, 并以 200mm/sec 的送纸速度传送了形成有所得到的图像的纸张, 确认了可以得到鲜明的消去图像。

[0109] 另外, 在 LL 环境下和 HH 环境下, 将所得到的色调剂与利用硅树脂进行了涂覆的铁素体载体混合, 测量了带电量, 其带电量比为 HH/LL = 82%。

[0110] 实施例 5

[0111] 除进行了基于 500 重量份的离子交换水的洗涤之外, 通过与实施例 1 同样的方法制备了色调剂。洗涤完成时的滤液的导电率为 17 μ S/cm。另外, 洗涤滤液的 pH 为 8.9。干燥后, 作为添加剂, 使疏水性二氧化硅 2 重量份、氧化钛 0.5 重量份附着于色调剂粒子表面上, 得到了可消色色调剂。采用美国贝克曼库尔特公司 Multisizer 3 测量了粒径, 50% 体积平均粒径 D_v 为 9.8 μ m。另外, 测量了所得到的色调剂的分散 pH, 结果为 8.7。另外, 色调剂中的金属盐含量为 0.8%。

[0112] 将所得到的色调剂与利用硅树脂进行了涂覆的铁素体载体混合, 使用东芝泰格株式会社制造的 MFP(e-studio 4520c) 进行了图像输出。将定影器温度设置为 70℃, 送纸速度调整为 30mm/sec, 得到了形成有图像浓度为 0.7 的发色图像的纸张。

[0113] 将定影器温度设置为了 150℃, 并以 200mm/sec 的送纸速度传送了形成有所得到的图像的纸张, 确认了可以得到鲜明的消去图像。

[0114] 另外, 在 LL 环境下和 HH 环境下, 将所得到的色调剂与利用硅树脂进行了涂覆的铁素体载体混合, 并测量了带电量, 其带电量比为 HH/LL = 51%。

[0115] 比较例 1

[0116] 除对色调剂分散液过滤以及进行了基于总量 167 重量份的离子交换水的洗涤之外, 通过与实施例 1 同样的方法制备了色调剂。洗涤完成时的滤液的导电率为 32 μ S/cm。另外, 洗涤滤液的 pH 为 9.8。

[0117] 干燥后, 作为添加剂, 使疏水性二氧化硅 2 重量份、氧化钛 0.5 重量份附着于色调剂粒子表面上, 得到了可消色色调剂。使用美国贝克曼库尔特公司 Multisizer 3 测量了粒径, 50% 体积平均粒径 D_v 为 9.8 μ m。另外, 测量了所得到的色调剂的分散 pH, 结果为 9.2。另外, 色调剂中的金属盐含量为 0.9%。

[0118] 将所得到的色调剂与利用硅树脂进行了涂覆的铁素体载体混合, 使用东芝泰格株式会社制造的 MFP(e-studio 4520c) 进行了图像输出。将定影器温度设置为了 70℃, 送纸速度调整为了 30mm/sec, 得到了形成有图像浓度为 0.2 的不鲜明的图像的纸张。

[0119] 将定影器温度设置为了 150℃, 并以 200mm/sec 的送纸速度传送了形成有所得到的图像的纸张, 确认了可以得到鲜明的消去图像。

[0120] 另外, 在 LL 环境下和 HH 环境下, 将所得到的色调剂与利用硅树脂进行了涂覆的铁素体载体混合, 测量了带电量, 其带电量比为 HH/LL = 32%。

[0121] 比较例 2

[0122] 将发色粒子分散体 C 1.7 重量份、色调剂成分粒子分散体 15 重量份、离子交换水 83 重量份进行了混合, 并一边用匀质机 (IKA 制造) 以 6500rpm 的转速进行搅拌, 一边添加了硫酸铝水溶液 10% 水溶液 5 份, 然后, 一边在设置有桨叶的 1L 搅拌槽中以 800rpm 的转速

进行搅拌,一边升温到了 40℃。在 40℃下放置了 1 个小时,然后,添加了 10%的聚羧酸钠盐溶液 10 重量份,并加热至 68℃,在放置了 1 个小时之后,冷却,得到了蓝色的色调剂分散液。

[0123] 接着,将该色调剂分散液进行了过滤,并进行了基于总量 1670 重量份的离子交换水的洗涤。洗涤完成时的滤液的导电率为 $14\ \mu\text{S}/\text{cm}$ 。另外,洗涤滤液的 pH 为 6.0。然后,用真空干燥机使色调剂粒子干燥至含水率为 1.0 重量%以下,得到了干燥粒子。

[0124] 干燥后,作为添加剂,使疏水性二氧化硅 2 重量份、氧化钛 0.5 重量份附着于色调剂粒子表面上,得到了可消色色调剂。采用美国贝克曼库尔特公司 Multisizer 3 测量了粒径,50%体积平均粒径 D_v 为 $12.1\ \mu\text{m}$ 。另外,测量了所得到的色调剂的分散 pH,结果为 5.7。另外,色调剂中的金属盐含量为 1.8%。

[0125] 将所得到的色调剂与利用硅树脂进行了涂覆的铁素体载体混合,使用东芝泰格株式会社制造的 MFP(e-studio 4520c)进行了图像输出。将定影器温度设置为 70℃,送纸速度调整为 30mm/sec,得到了形成有图像浓度为 0.6 的发色图像的纸张。

[0126] 将定影器温度设置为了 150℃,并以 200mm/sec 的送纸速度传送了形成有所得到的图像的纸张,其结果,局部残留有着色部位,图像的消去不完全。

[0127] 另外,在 LL 环境下和 HH 环境下,将所得到的色调剂与利用硅树脂进行了涂覆的铁素体载体混合,测量了带电量,其带电量比为 $\text{HH}/\text{LL} = 67\%$ 。

[0128] 比较例 3

[0129] 将发色粒子分散体 C 1.7 重量份、色调剂成分粒子分散体 15 重量份、离子交换水 83 重量份进行了混合,并一边用匀质机(IKA 制造)以 6500rpm 的转速进行搅拌,一边添加了硫酸铝水溶液 10%水溶液 10 重量份,然后,一边在设置有桨叶的 1L 搅拌槽中以 800rpm 的转速进行搅拌,一边升温到了 40℃。在 40℃下放置了 1 个小时,然后,添加了 10%的聚羧酸钠盐溶液 10 重量份,并加热至 68℃,在放置了 1 个小时之后,冷却,得到了蓝色的色调剂分散液。

[0130] 接着,过滤该色调剂分散液,并进行了基于总量 2500 重量份的离子交换水的洗涤。洗涤完成时的滤液的导电率为 $9\ \mu\text{S}/\text{cm}$ 。另外,洗涤滤液的 pH 为 6.4。然后,用真空干燥机使色调剂粒子干燥至含水率为 1.0 重量%以下,得到了干燥粒子。

[0131] 干燥后,作为添加剂,使疏水性二氧化硅 2 重量份、氧化钛 0.5 重量份附着于色调剂粒子表面上,得到了可消色色调剂。采用美国贝克曼库尔特公司 Multisizer 3 测量了粒径,50%体积平均粒径 D_v 为 $10.3\ \mu\text{m}$ 。另外,测量了所得到的色调剂的分散 PH,结果为 6.3。另外,色调剂中的金属盐含量为 1.4%。

[0132] 将所得到的色调剂与利用硅树脂进行了涂覆的铁素体载体混合,使用东芝泰格株式会社制造的 MFP(e-studio 4520c)进行了图像输出。将定影器温度设置为了 70℃,送纸速度调整为了 30mm/sec,得到了形成有图像浓度为 0.7 的发色图像的纸张。

[0133] 将定影器温度设置为了 150℃,并以 200mm/sec 的送纸速度传送了形成有所得到的图像的纸张,其结果,局部残留有着色部位,图像的消去不完全。

[0134] 另外,在 LL 环境下和 HH 环境下,将所得到的色调剂与利用硅树脂进行了涂覆的铁素体载体混合,测量了带电量,其带电量比为 $\text{HH}/\text{LL} = 76\%$ 。

[0135] 此外,分散 pH 值通过如下过程而得到:向色调剂中加入了 pH5.5~7 的纯水,使色

调剂与纯水的比例为 1 : 10,利用超声波分散机进行了 10 分钟的分散处理,然后,过滤分散液,测量其滤液的 pH。

[0136] 另外,硫酸铝的含量通过以下方法进行了测定。首先,利用压力成型机,将色调剂材料与含有已知浓度的硫酸铝的粉体进行了成型,并通过荧光 X 线分析,制作了校准线。接着,利用压力成型机将在各实施例中制备的色调剂成型为小圆球状,然后,进行了荧光 X 线分析,根据校准线算出了色调剂中的硫酸铝含量。

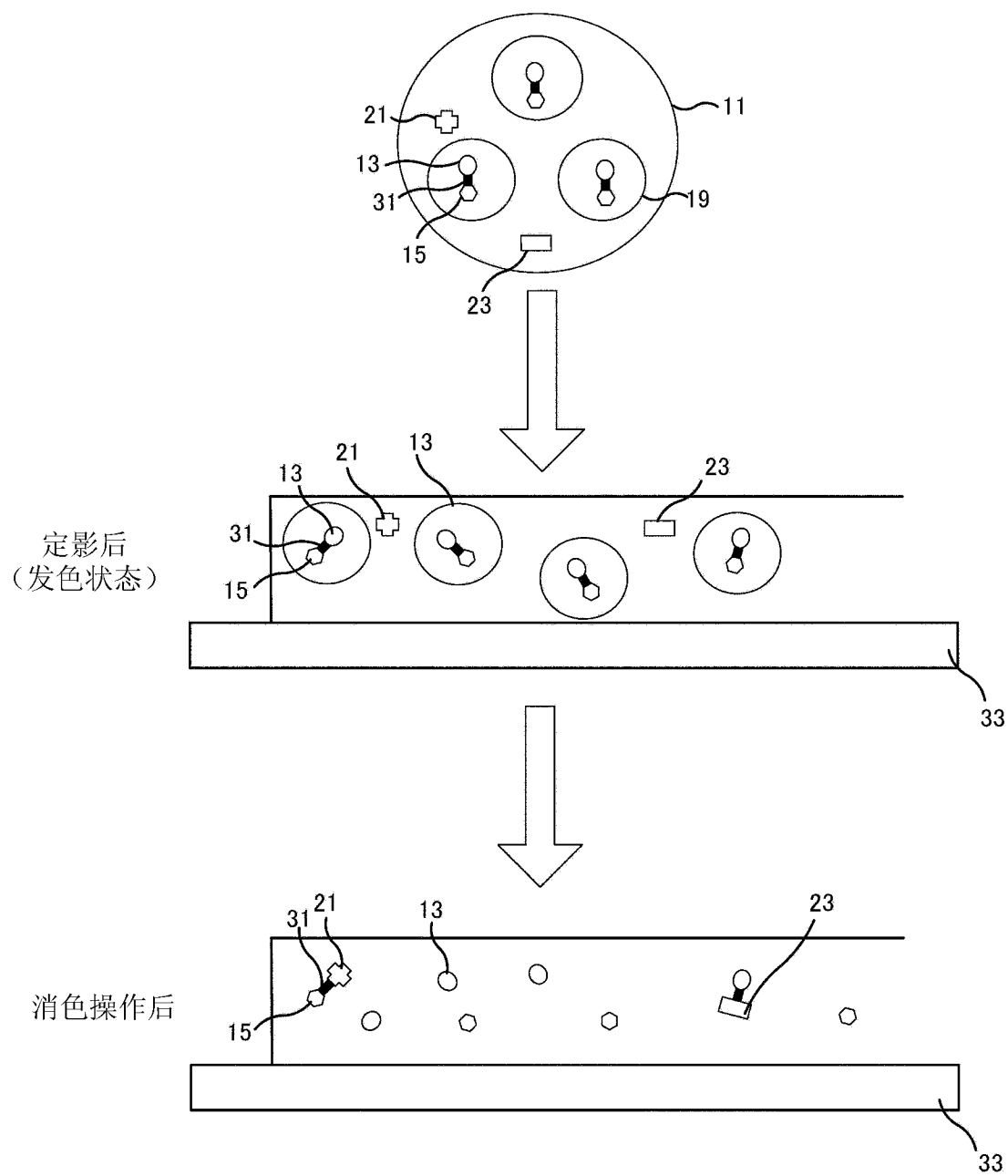
[0137] 发色性利用 Macbeth 浓度计以图像浓度的方式进行了评价。

[0138] 消色性通过目视法进行了评价。

[0139] 由图 3 可知,分散 pH 值为 6 ~ 9 的实施例与比较例相比,通过消色操作都能够使图像浓度降低。另外,通过使酸性金属盐的比例形成为 1 质量%以下,在进行了消色处理时,能够使图像浓度进一步降低。而且,通过使分散 pH 值形成为 6 ~ 7.5,能够使色调剂的环境变化良好,并且,在进行了消色处理时,能够使图像浓度降低。

[0140] 尽管在说明书中描述了某些实施方式,但这些实施方式仅用于示例性地说明,并不用于限制发明的保护范围。事实上,这里所说明的新系统和方法可以多种其他形式体现,而且,在不违背本发明的精神的情况下,本发明的系统的形式可以做出各种省略、替代与改变。所附的权利要求及其等价物意在含盖那些在本发明的保护范围和精神内的形式或改变。

[0141] 正如上述详细说明过的那样,依照本说明书中记载的技术,能够提供一种通过消色操作可以进一步使图像浓度降低的色调剂。



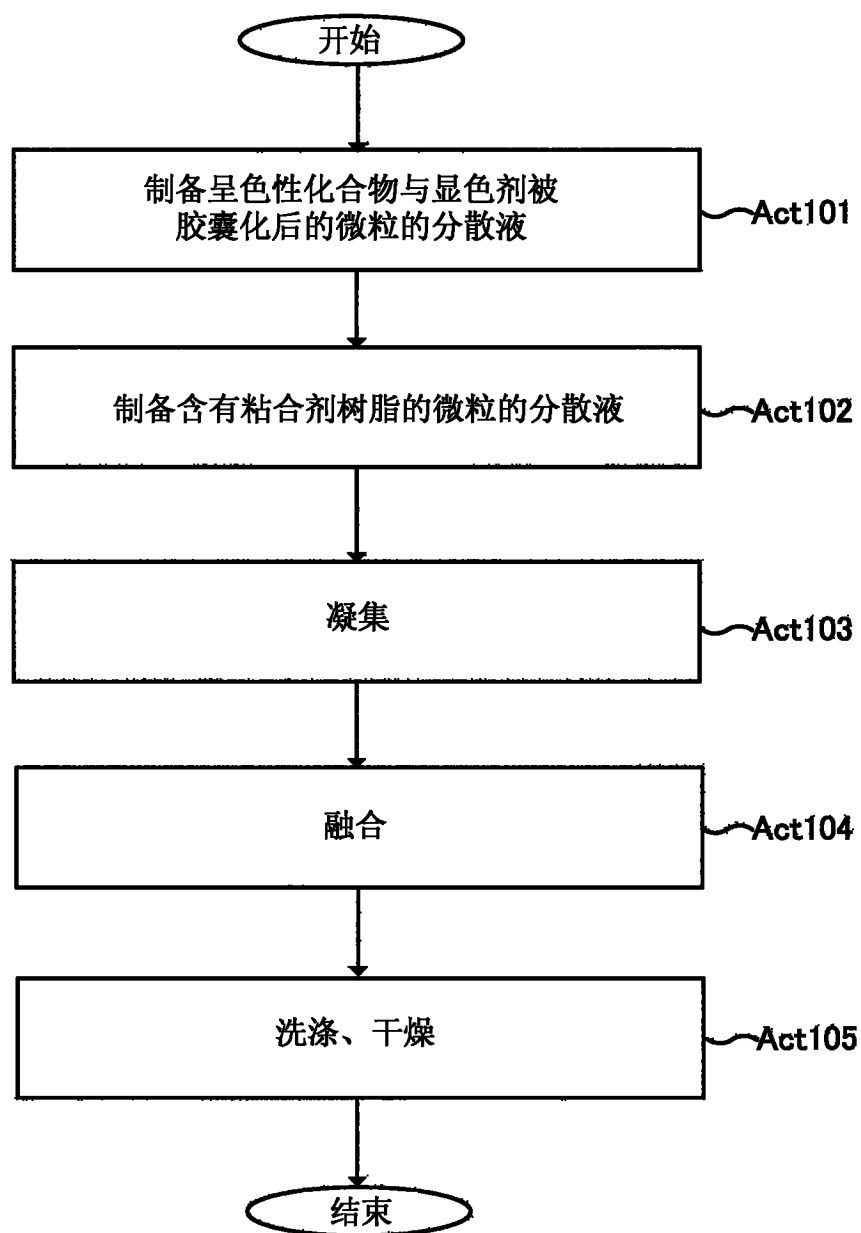


图 2

	D50[μ m]	色调剂的分散 pH	金属盐残留量[%]	发色图像浓度	消色性	HH/LL带电量比[%]
实施例 1	9.8	6.5	0.3	0.7	○	75
实施例 2	8.5	6.9	0	0.8	○	79
实施例 3	10.1	7.5	0.8	0.8	○	67
实施例 4	9.8	6.2	0.1	1.0	○	82
实施例 5	9.8	8.7	0.8	0.7	○	51
比较例 1	9.8	9.2	0.9	0.2	○	32
比较例 2	12.1	5.7	1.8	0.6	×	67
比较例 3	10.3	6.3	1.4	0.7	×	76

图 3