

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4809063号  
(P4809063)

(45) 発行日 平成23年11月2日(2011.11.2)

(24) 登録日 平成23年8月26日(2011.8.26)

(51) Int.Cl. F I  
**G03G 9/087 (2006.01)** G O 3 G 9/08 3 8 1  
**G03G 9/08 (2006.01)** G O 3 G 9/08 3 6 5  
 G O 3 G 9/08 3 1 1

請求項の数 1 (全 16 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2006-4440 (P2006-4440)                  (22) 出願日 平成18年1月12日 (2006.1.12)                  (65) 公開番号 特開2006-195467 (P2006-195467A)                  (43) 公開日 平成18年7月27日 (2006.7.27)                  審査請求日 平成21年1月7日 (2009.1.7)                  (31) 優先権主張番号 11/034,111                  (32) 優先日 平成17年1月13日 (2005.1.13)                  (33) 優先権主張国 米国 (US)</p>	<p>(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 068                  56、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 4                  5                  (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 カア チョウ                  カナダ オンタリオ ミッシソーガ オー                  クランド アベニュー 4838</p>
-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 トナー組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

乳化凝集プロセスにより形成させたトナー粒子を含むトナー組成物であって、トナーを調製するためのプロセスが、

( i ) ラテックスと、水性着色剤分散物と、ゲルラテックスとをブレンドする工程であって、ラテックスが、イオン界面活性剤と水の存在下、水相中に懸濁されたスチレン/ブチルアクリレート/ - C E A 樹脂ラテックスを含み、水性着色剤分散物は、着色剤と、水と、イオン界面活性剤とを含み、ゲルラテックスは、イオン界面活性剤と水の存在下、水相中に懸濁されたスチレン/ブチルアクリレート/ジビニルベンゼン/ - C E A ゲルラテックスを含む、工程と、

( i i ) ブレンドを、凝固剤の存在下で凝集させ、混合物を生成させる工程と、

( i i i ) 蠟と、水と、イオン界面活性剤とを含む蠟エマルジョンを添加する工程と、

( i v ) 混合物を、非架橋樹脂の T g に大体等しい、またはそれ以下の温度で加熱し、トナー凝集物を形成させる工程と、

( v ) 第 2 のラテックスをトナー凝集物に添加し、凝集懸濁液を形成させる工程であって、第 2 のラテックスは、イオン界面活性剤と水とを含む水相中に懸濁させた、前記スチレン/ブチルアクリレート/ - C E A 樹脂ラテックスと同一または異なる非架橋樹脂を含む、工程と、

( v i ) 塩基を添加し、凝集懸濁液の p H を増加させる工程と、

( v i i ) 凝集懸濁液を、非架橋樹脂の T g と大体同じ、またはそれ以上の温度で加熱

する工程と、

( v i i i ) 酸を用いて凝集懸濁液のpHを低下させることにより、凝集物を合一させる工程と、

( i x ) 大体室温まで冷却する工程と、

( x ) 必要に応じて、得られたトナースラリーを洗浄する工程と、

( x i ) 必要に応じて、トナーを単離させる工程と、

を含み、

前記トナー粒子の平均直径は約1～約15 $\mu$ mであり、粒子のサイズの幾何分布が約1.3未満であり、

前記蠟は前記トナー粒子の内部コアから排除される、トナー組成物。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、トナー組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

トナーの調製については多くのプロセス、例えば、乳化凝集プロセスが周知である。これらの方法では、トナーは化学的にその場で(*in situ*)で形成され、周知の粉砕法および/または分類法は必要ではない。

【0003】

20

溶融定着(*fusing*)中、特に低オイルまたはオイルレスフューザ(*fuser*)設計では、フューザロールからのトナーの離脱(*release*)を支援するために、および溶融定着させた画像文書のフューザロールからの離脱を助けるために、蠟が添加される。蠟はまた、溶融定着画像上のストリッパー-フィンガー-マーク(*stripper-finger-mark*)、例えば、引っ掻き傷および画像光沢の変化の発生を減少させる。この場合、ストリッパーフィンガーは溶融定着画像文書をフューザロールからの除去を助ける。トナー中の蠟は、溶融定着画像が長期間にわたり、または高温で接触し、望ましくない、1つの文書から別の文書への転写が起こることがある場合、文書オフセットの予防を助ける。乳化凝集トナー、例えば、スチレン-アクリレート乳化凝集トナーでは、線状ポリエチレン蠟、例えばポリワックス(*POLYWAX*、登録商標)725(ベーカーペトロライト(*Baker Petrolite*))が有益である。従来のトナーでは、所望のトナー離型(*release*)性を達成するには、蠟の添加量を高くする必要があるかもしれない。そのようなトナーに蠟を添加し、トナー体積全体に実質的に均一に分散させると、得られたトナー高い蠟添加量を含むかもしれない。蠟の量が高いと、トナーの製造単価が著しく高くなることがある。

30

【0004】

このコストを減少させるために考えられるアプローチとしては、トナー調製物に添加する蠟の全体的なバルク量を減少させることが挙げられる。全体的な蠟のバルク量を低下させると、トナー表面の蠟の量が減少し、トナー離型性、ストリッパー-フィンガー性能、および文書-オフセット特性に悪影響がある。溶融定着させたトナーの顕微鏡検査では、トナーバルクから表面に向かう有意の蠟の移動は見られなかった。「有益」な蠟は、トナー表面付近の、トナー殻中にある蠟のみであると考えられる。

40

【0005】

【特許文献1】米国特許第5,482,812号明細書

【特許文献2】米国特許第5,688,325号明細書

【特許文献3】米国特許第5,994,020号明細書

【特許文献4】米国特許第6,210,853号明細書

【特許文献5】米国特許第6,294,606号明細書

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

50

## 【0006】

そのため、蠟量の低下した、これにより経済的実現可能性が改善されているが、許容されるトナー離型性、ストリッパー - フィンガー性能、および文書 - オフセット特性を有するトナー粒子を形成するための改善されたプロセスが依然として必要である。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0007】

本実施形態に係るトナー組成物は、乳化凝集プロセスにより形成させたトナー粒子を含むトナー組成物であって、トナーを調製するためのプロセスが、

(i) ラテックスと、水性着色剤分散物と、ゲルラテックスとをブレンドする工程であって、ラテックスが、イオン界面活性剤と水の存在下、水相中に懸濁されたスチレン/ブチルアクリレート/ - CEA樹脂ラテックスを含み、水性着色剤分散物は、着色剤と、水と、イオン界面活性剤とを含み、ゲルラテックスは、イオン界面活性剤と水の存在下、水相中に懸濁されたスチレン/ブチルアクリレート/ジビニルベンゼン/ - CEAゲルラテックスを含む、工程と、(ii) ブレンドを、凝固剤の存在下で凝集させ、混合物を生成させる工程と、(iii) 蠟と、水と、イオン界面活性剤とを含む蠟エマルジョンを添加する工程と、(iv) 混合物を、非架橋樹脂のTgに大体等しい、またはそれ以下の温度で加熱し、トナー凝集物を形成させる工程と、(v) 第2のラテックスをトナー凝集物に添加し、凝集懸濁液を形成させる工程であって、第2のラテックスは、イオン界面活性剤と水とを含む水相中に懸濁させた、前記スチレン/ブチルアクリレート/ - CEA樹脂ラテックスと同一または異なる非架橋樹脂を含む、工程と、(vi) 塩基を添加し、凝集懸濁液のpHを増加させる工程と、(vii) 凝集懸濁液を、非架橋樹脂のTgと大体同じ、またはそれ以上の温度で加熱する工程と、(ix) 大体室温まで冷却する工程と、(x) 必要に応じて、得られたトナーラリーを洗浄する工程と、(xi) 必要に応じて、トナーを単離させる工程と、を含む、前記トナー粒子の平均直径は約1 ~ 約15 μmであり、粒子のサイズの幾何分布が約1 . 3未満であり、前記蠟は前記トナー粒子の内部コアから排除される、ことを特徴とする。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0008】

低光沢、低溶融用途に対し使用してもよい、本実施形態のトナーは、樹脂と、ゲルと、顔料と、蠟と、他の成分とを含み、蠟は主にトナー粒子の外側に存在する。本実施形態のプロセスでは、蠟エマルジョンはトナーの凝集が始まった後中間時点で添加され、蠟がコアから実質的に排除される。結果的に、トナーは、蠟をバルク中に含む従来のトナーに比べ、同等の、またはそれ以上の溶融定着性能および帯電性能を有するが、蠟の量は著しく少ない。

## 【0009】

本実施形態においては、バルク中に蠟を含むが従来のトナーよりも含有蠟量が少なく、満足のいくトナー特性が維持されている、乳化凝集プロセスにより形成されたトナー粒子に関する。本実施形態は、乳化凝集プロセスにより形成されたトナー粒子およびそのようなトナー粒子を製造するためのプロセスを含む。

## 【0010】

本実施形態においては、1または複数の樹脂と、1または複数の蠟とを含むトナー粒子に関し、この場合、蠟は実質的にトナーコアから排除される。

## 【0011】

本実施形態においては、樹脂と蠟とを含むトナー粒子を製造するための乳化凝集プロセスに関し、蠟は実質的にトナーコアの外側に存在する。本実施形態では、プロセスは、1または複数の樹脂粒子と必要に応じて1または複数の着色剤とを含む粒子を有する1または複数の水性分散物を提供する工程と、凝固剤の存在下で、分散物を混合する工程と、1または複数の蠟エマルジョンを分散物に添加する工程と、粒子を凝集させ凝集粒子を形成させる工程と、必要に応じて、1または複数の樹脂粒子を含む粒子を有する1または複数の分散物を添加し、凝集粒子上にシェルまたはコーティングを提供し、トナーサイズの粒

10

20

30

40

50

子を形成させる工程と、トナーサイズの粒子を合一させ ( c o a l e s c i n g )、融合 ( f u s e d ) 粒子を形成させる工程と、分散物から融合粒子を除去する工程と、を含む。本実施形態では、蠟エマルジョン添加は均一化後直ちに実施してもよい。凝集はまた、分散物を加熱する工程を含む。

**【 0 0 1 2 】**

本実施形態においては、樹脂と蠟とを含むトナー粒子を製造するための乳化凝集プロセスに関し、蠟はトナーコアから排除される。本実施形態では、プロセスは、1または複数の樹脂粒子と必要に応じて1または複数の着色剤とを含む粒子を有する1または複数の水性分散物を提供する工程と、凝固剤の存在下で、分散物を混合する工程と、粒子を凝集させコア粒子を形成させる工程と、1または複数の蠟エマルジョンと必要に応じて1または複数の樹脂とを含む1または複数の水性分散物を添加し、コア粒子上に蠟と樹脂のシェルまたはコーティングを提供する工程と、凝集させトナーサイズの粒子を形成させる工程と、トナーサイズの粒子を合一させ、融合粒子を形成させる工程と、分散物から融合粒子を除去する工程と、を含む。

10

**【 0 0 1 3 】**

本実施形態においては、一般的にプロセスに関し、特定的には、トナー組成物を調製するための乳化凝集プロセスに関する。本実施形態は、総蠟量がより少なく、トナー離型性、ストリッパー - フィンガー性能、および文書 - オフセット特性が悪影響を受けない、トナー粒子を製造するための乳化凝集プロセスに関する。このプロセスでは、樹脂を、大体サブミクロンサイズのポリマー粒子の水性分散物として調製し ( ポリマーラテックス )、その後、蠟エマルジョン、必要に応じて、着色剤および/または他の添加剤 ( これらもまた、サブミクロン粒子の形態としてもよい ) の分散物と共に凝集させ、所望のサイズとし、その後、合一させ、トナー粒子を製造する。

20

**【 0 0 1 4 】**

本実施形態のトナーは、固体膜形成樹脂と、蠟と、必要に応じて、1または複数の着色剤と、必要に応じて1または複数の添加剤と、を含む。

**【 0 0 1 5 】**

本実施形態のプロセスにより調製したトナーは、とりわけ、画像形成プロセス、特に電子写真プロセスにとって好都合であり、それらのプロセスでは典型的には、約90%またはそれ以上のトナー - 転写効率が必要とされ、例えば、クリーナーを備えていないコンパクトマシン設計によるもの、または優れた画像解像度、許容される信号対雑音比、および画像均一性を有する高品質のカラー画像を提供するように設計されたものが挙げられる。さらに、トナーは、デジタル画像形成システムおよびプロセスのために選択することができる。

30

**【 0 0 1 6 】**

本実施形態はまた、安定した摩擦電気帯電特性を有し、溶融定着時に、所望の光沢レベル、高品質文書離型性能、オフセット性能およびストリッパー - フィンガー性能を有し、所望の最低固定温度および高品質透過光学密度を有するトナーに関する。

**【 0 0 1 7 】**

従来の乳化凝集プロセスでは、蠟エマルジョンが樹脂ラテックス、顔料分散物、凝固剤および他の成分に、凝集プロセスの開始時に添加される。中間段階で、追加のラテックスを添加し、トナーの周囲に「ラテックスシェル」を形成させ、トナー電荷を不動態化する。その後、トナーを、pHを上昇させることにより凍結させ、加熱により合一させ、その後冷却させる。

40

**【 0 0 1 8 】**

従来の乳化凝集プロセスでは、樹脂ラテックスと必要に応じて用いる添加剤との混合物を、任意の適した方法、例えば攪拌により混合する。混合物を、樹脂のガラス転移温度 ( T g ) またはそれ以下の温度まで加熱し、粒子を凝集させる。凝集はまた、組成物を加熱しなくても達成することができる。

**【 0 0 1 9 】**

50

トナー態様の蠟量を低下させるには、蠟を、実質的にトナーシェル内のみ組み入れる。これは、蠟エマルジョンおよび追加の樹脂ラテックスを、ブレンドとして、または別個に、凝集粒子が成長して中間サイズになった時点で凝集粒子に添加し、実質的に蠟と樹脂とを含む外側シェルを形成させることにより達成される。直径が約  $6 \mu\text{m}$ 、およびシェル厚が約  $1 \mu\text{m}$  のトナー粒子では、シェル体積は、総トナー体積の約 42% を占める。このように、全体的な蠟量、およびコストを減少させる機会は十分である。

【0020】

他のトナー態様の蠟量を低下させるには、樹脂ラテックスと必要に応じて用いる成分とを均一化した直後、加熱前に、蠟エマルジョンを混合物に添加する。凝集トナーは、均一化直後には直径が約  $2 \mu\text{m}$  であるので、添加が遅れると、蠟がコアから排除される。

10

【0021】

本実施形態においては、

(i) ラテックスと、水性着色剤分散物と、ゲルラテックスとをブレンドする工程であって、ラテックスが、イオン界面活性剤と水の存在下、水相中に懸濁された第1の非架橋樹脂を含み、水性着色剤分散物は、着色剤と、水と、イオン界面活性剤とを含み、ゲルラテックスは、イオン界面活性剤と水の存在下、水相中に懸濁された架橋樹脂粒子を含む、工程と、

(ii) ブレンドを、凝固剤の存在下で凝集させ、混合物を生成させる工程と、

(iii) 蠟と、水と、イオン界面活性剤とを含む蠟エマルジョンを添加する工程と、

(iv) 混合物を、非架橋樹脂の  $T_g$  に大体等しい、またはそれ以下の温度で加熱し、トナー凝集物を形成させる工程と、

20

(v) 第2のラテックスをトナー凝集物に添加し、凝集懸濁液を形成させる工程であって、第2のラテックスは、イオン界面活性剤と水とを含む水相中に懸濁させた、第1の非架橋樹脂と同じ、または異なってもよい第2の非架橋樹脂を含む、工程と、

(vi) 塩基を添加し、凝集懸濁液の  $pH$  を増加させる工程と、

(vii) 凝集懸濁液を、非架橋樹脂の  $T_g$  と大体同じ、またはそれ以上の温度で加熱する工程と、

(viii) 酸を用いて凝集懸濁液の  $pH$  を低下させることにより、凝集物を合一させる工程と、

(ix) 大体室温まで冷却する工程と、

30

(x) 必要に応じて、得られたトナーラリーを洗浄する工程と、

(xi) 必要に応じて、トナーを単離させる工程と、

を含む、トナーを調製するためのプロセスを含む。

【0022】

本実施形態においては、ラテックスはバッチ重合または半連続的重合により調製してもよい。

【0023】

本実施形態においては、ラテックスは、スチレン、ブタジエン、アクリレート類、イソブレン、メタクリレート類、アクリロニトリル、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸またはカルボキシエチルアクリレート (CEA) などから選択されるモノマー類の乳化重合から誘導してもよい。ラテックスはまた、アニオン界面活性剤、例えば、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムを含んでもよい。乳化重合により調製する場合、周知の連鎖移動剤、例えばドデカンチオール四臭化炭素を有効量、例えば約 0.1 ~ 約 10% 含有させ、樹脂の分子量特性を制御してもよい。

40

【0024】

ラテックスは、イオン界面活性剤を含む水相中に懸濁させた、約 50 ~ 約 500 nm、または約 70 ~ 約 350 nm のサブミクロンの非架橋樹脂粒子を含んでもよい。この場合、イオン界面活性剤は、固体の約 0.5 ~ 約 5 重量%、または約 0.7 ~ 約 2 重量%である。

【0025】

50

非架橋樹脂は、トナーまたは固体の約75～約98重量%、または約80～約95重量%の量で存在してもよい。非架橋樹脂は好ましくは、体積平均直径が、例えばブルックハイブン(Brookhaven)ナノサイズ粒子アナライザにより測定すると、約50～約500nmのサイズを有する。

【0026】

本実施形態においては、樹脂は、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、硬化性樹脂およびそれらの混合物から選択される。ラテックス中に含有させてもよい適した非架橋樹脂としては、1または複数の、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)、およびポリ(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-ブタジエン)、ポリ(スチレン-イソプレン)、ポリ(スチレン-ブチルメタクリレート)、ポリ(スチレン-ブチルアクリレート-アクリル酸)、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)、およびそれらの混合物が挙げられる。本実施形態では、非架橋樹脂はポリ(スチレン/ブチルアクリレート/ -CEA)である。

【0027】

例えば、約0.01～約7 $\mu$ mの樹脂粒子を得るための他のプロセスは、ミクロ懸濁(microsuspension)プロセス、溶液ミクロ懸濁プロセス、機械的粉碎プロセス、または他の周知のプロセスとすることができる。反応開始剤、連鎖移動剤などをプロセスで使用することができる。水溶性開始剤の例としては、適した量、モノマーの約0.1～約8重量%、または約0.2～約5重量%の過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム、および過硫酸カリウムが挙げられる。連鎖移動剤の例としては、適した量、モノマーの約0.1～約10重量%、または約0.2～約5重量%のドデカンチオール、ドデシルメルカプタン、オクタンチオール、四臭化炭素、四塩化炭素、などが挙げられる。

【0028】

本実施形態のトナーは適した蠟を含む。本実施形態では、蠟はトナー重量に対し、約0.01～約9重量%、約0.1～約5重量%、または約1～約3.6重量%の量で存在し

10

20

30

40

50

てもよい。

【0029】

蠟をトナー中に組み入れるために、蠟は水性エマルジョン、または水中に固体蠟粒子を分散させた分散物の形態としなければならない。古典的には、エマルジョンは乳化剤により安定化された2つの非混和性の液体であり、蠟エマルジョンは、エマルジョンが形成されるように蠟が溶融されている時のみ存在する。しかしながら、「蠟エマルジョン」は真の蠟エマルジョンと固体蠟を溶媒中に分散させた分散物の両方を説明する。

【0030】

本実施形態の蠟エマルジョンは、イオン界面活性剤を含む水相中に懸濁させた、約50～約500nm、または約100～約350nmのサブミクロンの蠟粒子を含む。イオン界面活性剤は、蠟の約0.5～約10重量%、および約1～約5重量%の量で存在してもよい。

10

【0031】

本実施形態における蠟エマルジョンは、天然の植物蠟、天然の動物蠟、鉱蠟、合成蠟および機能化蠟から選択される1または複数の蠟を含む。天然の植物蠟の例としては、カルナウバ蠟、カンデリラ蠟、和蠟、およびヤマモモ蠟が挙げられる。天然の動物蠟としては、蜜蠟、ピューニック(punic)蠟、ラノリン、ラック蠟、シェラック蠟および鯨蠟が挙げられる。鉱蠟としては、パラフィン蠟、微結晶蠟、モンタン蠟、地蠟、セレシン蠟、ワセリン、および石油蠟が挙げられる。合成蠟としては、フィッシャー・トロプシュ蠟、アクリレート蠟、脂肪酸アミド蠟、シリコーン蠟、ポリテトラフルオロ-エチレン蠟、ポリエチレン蠟、およびポリプロピレン蠟、ならびにそれらの混合物が挙げられる。

20

【0032】

蠟の例としては、市販のポリプロピレン類およびポリエチレン類が挙げられる。市販のポリエチレン類は通常、約1,000～約1,500の分子量を有し、使用される市販のポリプロピレン類は、約4,000～約5,000の分子量を有する。機能化蠟の例としては、アミン類、アミド類、イミド類、エステル類、第4級アミン類、カルボン酸類またはアクリルポリマーエマルジョン、ならびに塩素化ポリプロピレン類およびポリチレン類が挙げられる。

【0033】

蠟がポリエチレン蠟である態様では、蠟は、約500～約2,500、約600～約1,500の重量平均分子量、約400～約2,000、または約700～約1,500の数平均分子量、約70～約130、または約80～約110の融解温度、約50～約500nm、または約100～約300nmの粒子サイズを有してもよい。

30

【0034】

蠟が2またはそれ以上の蠟の混合物である場合、蠟の重量比または体積比は、約1:99～約99:1、約10:90～約90:10、または約25:75～約75:25の範囲としてもよい。2またはそれ以上の蠟が存在する場合、2またはそれ以上の蠟は、共に均一に分散された蠟エマルジョンを具体化し、単一のエマルジョンを形成してもよい。

【0035】

本実施形態においては、追加の添加剤を、必要に応じて分散物として、ラテックスエマルジョンに組み入れた後、凝集させてもよい。本実施形態では、添加剤を添加し、着色し、帯電特性を改善させ、流動性を改善させてもよい。添加剤としては、着色剤、磁鉄鉱、綿状凝集剤(flocculate)、硬化剤、レベリング剤、例えばシリコーン、帯電添加物、フロー促進剤、例えばシリカ、フロー制御剤、可塑剤、安定化剤、例えばUV劣化に対する安定化剤、ガス発生防止(anti-gassing)剤および脱ガス剤、例えばベンゾイン、表面添加剤、抗酸化剤、UV吸収剤、光安定化剤およびフィラー、例えば硫酸カルシウムまたは硫酸バリウムが挙げられる。高い光沢が望ましい場合、トナー組成物は顔料を含まないように調合することができる。

40

【0036】

本実施形態においては、着色剤は周知の量、含有させてもよく、所望の色の濃さが達成

50

される。例えば、少なくとも1つの染料、顔料および/または他の着色剤は、適した量、例えばトナーの約1～約20重量%、または約2～約10重量%の量で含有される。

【0037】

組み入れてもよい着色剤としては、顔料、染料、顔料混合物、染料混合物、顔料と染料の混合物などが挙げられる。例えば、様々な周知のブラック、シアン、マゼンタ、イエロー、レッド、グリーン、ブラウンまたはブルー着色剤、またはそれらの混合物を組み入れてもよい。本実施形態では、着色剤は、約50～約150nmの平均着色剤サイズを有してもよい。水性顔料分散物として顔料を使用することができる。

【0038】

使用してもよい着色剤、例えば顔料の例示的な例としては、カーボンブラック、磁鉄鉱、表面処理された磁鉄鉱、などが挙げられる。シアン、マゼンタ、イエロー、レッド、グリーン、ブラウン、ブルーおよび/またはそれらの混合物を含む着色顔料または染料もまた、使用してもよい。

10

【0039】

本実施形態のゲルラテックスは、架橋樹脂および/または架橋結合により非架橋樹脂の架橋された樹脂を含んでもよい。本実施形態の架橋樹脂は、1または複数の架橋ポリマー、例えば、架橋ポリ(スチレン-アルキルアクリレート)、ポリ(スチレン-ブタジエン)、ポリ(スチレン-イソプレン)、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-ブタジエン-アクリル酸)、ポリ(スチレン-イソプレン-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)、および架橋ポリ(アルキルアクリレート-アクリロニトリル-アクリル酸)、ならびにそれらの混合物を含んでもよい。

20

【0040】

架橋剤、例えばジビニルベンゼンを、有効量、例えば約0.01～約25重量%、または約0.5～約10重量%で使用してもよい。線状ポリマーの別の例としては、線状ポリマーには架橋がないということを除き、架橋ポリマーに類似した、またはそれらと同じポリマーが挙げられる。本実施形態の架橋ポリマーは、ラテックス形成中の追加のモノマーとしてジビニルベンゼンを含んでもよい。

30

【0041】

本実施形態において、架橋樹脂粒子は、トナーの約0.1～約50重量%、または約1～約20重量%の量で存在してもよい。

【0042】

本実施形態において、ゲルラテックスは、イオン界面活性剤を含む水相中に懸濁させた、約10～約200nm、または約20～約100nmのサブミクロンの架橋樹脂粒子を含んでもよい。イオン界面活性剤は、固体の約0.5～約5重量%、または約0.7～約2重量%の量で含有されてもよい。

40

【0043】

本実施形態において、架橋樹脂量が、トナーの約0.1～約70重量%、約1～約50重量%、または約5～約20重量%である場合に、つや消し仕上げが観察される。トナーは、トナー光沢が約30GGU未満、または約20GGU未満である場合、低いつや消し仕上げを示すことがある。

【0044】

分散物を調製するための界面活性剤は、反応混合物の約0.01～約15重量%、または約0.01～約5重量%の量のイオンまたは非イオン界面活性剤とすることができる。アニオン界面活性剤の例は、ドデシル硫酸ナトリウム、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

50

およびスルホネート類、アビチン酸 ( a b i t i c a c i d )、ネオゲン ( N E O G E N ) R ( 登録商標 )、ネオゲン S C ( 登録商標 ) ( 花王株式会社 )、などである。約 0 . 1 ~ 約 5 重量 % の量の、着色剤分散物のための非イオン界面活性剤の例は、ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸、メタロース ( m e t h a l o s e )、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、およびジアルキルフェノキシポリ ( エチレンオキシ ) エタノールである。

10

## 【 0 0 4 5 】

本実施形態においては、ブレンドの pH は、凝集開始時に約 2 ~ 約 2 . 6 としてもよい。凝集は、非架橋樹脂の大体 T g に等しい、またはそれ以下の温度での、混合物の攪拌および加熱工程を含んでもよい。凝集は、約 4 0 ~ 約 6 2 、または約 4 5 ~ 約 5 8 の温度で起きるかもしれない。

## 【 0 0 4 6 】

本実施形態においては、1 または複数の凝固剤 ( 硝酸溶液中に含まれてもよい ) を、ラテックス、水性着色剤分散物、蠟分散物およびゲルラテックスを約 1 ~ 約 5 分、または約 1 ~ 約 3 分にわたり凝集させる間に、またはその前に添加する。凝固剤は、凝集および合一を可能とし、または開始させる。

20

## 【 0 0 4 7 】

複数の態様において使用してもよい凝固剤の例としては、ポリハロゲン化アルミニウム、例えばポリ塩化アルミニウム ( P A C )、または対応する臭化物、フッ化物またはヨウ化物、ポリ珪酸アルミニウム、例えば、ポリスルホ珪酸アルミニウム ( P A S S )、および水溶性金属塩、例えば、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、カルシウムオキシレート ( c a l c i u m o x y l a t e )、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、硫酸亜鉛など、およびそれらの混合物が挙げられる。多金属塩は硝酸溶液中に存在することができる。

30

## 【 0 0 4 8 】

凝固剤を、トナーの約 0 . 0 2 ~ 約 0 . 3 重量 %、または約 0 . 0 5 ~ 約 0 . 2 重量 % の量で添加してもよい。凝固剤は約 0 . 0 5 p p h ~ 約 0 . 5 p p h の量で存在してもよい。

## 【 0 0 4 9 】

本実施形態では、第 2 のラテックスを、最初のラテックスの約 1 0 ~ 約 4 0 重量 %、または約 1 5 ~ 約 3 0 重量 % の量で、トナー凝集物に添加し、トナー凝集物上にシェルまたはコーティングを形成させてもよく、この場合、シェルの厚さは約 2 0 0 ~ 約 8 0 0 n m である。

## 【 0 0 5 0 】

本実施形態では、ラテックス樹脂および第 2 のラテックス樹脂は、同じまたは異なる非架橋樹脂を含んでもよい。

40

## 【 0 0 5 1 】

本実施形態のラテックスおよび第 2 のラテックスは、開始剤と共に調製してもよい。この場合、約 4 ~ 約 6 . 5  $\mu$  m の範囲のサイズの予め形成させた凝集物に添加する第 2 のラテックスは、水溶性開始剤、例えば過硫酸アンモニウムおよび過硫酸カリウムを適した量、例えば約 0 . 1 ~ 約 8 重量 %、または約 0 . 2 ~ 約 5 重量 % 含む。有機溶解性開始剤の例としては、適した量、例えば約 0 . 1 ~ 約 8 重量 % の 2 - メチル 2 - 2' - アゾビスプロパンニトリルおよび 2 - 2' - アゾビスイソブチルアミド無水物が挙げられる。連鎖移動剤の例としては、適した量、例えばモノマーの約 0 . 1 ~ 約 1 0 重量 %、または約 0 .

50

2 ~ 約 5 重量 % のドデカンチオール、オクタンチオール、四臭化炭素などが挙げられる。

【 0 0 5 2 】

本実施形態の塩基は、任意の適した塩基、例えばアルカリ金属水酸化物、例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムおよび水酸化アンモニウムを含む。添加するアルカリ金属水酸化物は約 6 ~ 約 2 5 重量 %、または約 1 0 ~ 約 2 0 重量 % としてもよい。塩基により、pH が約 5 ~ 約 9、または約 6 ~ 約 8 まで増加してもよい。

【 0 0 5 3 】

本実施形態において、添加する酸は、任意の適した酸、例えば、硝酸、硫酸、塩酸、クエン酸または酢酸を含んでもよい。添加する酸の量は、約 4 ~ 約 3 0 重量 %、または約 5 ~ 約 1 5 重量 % としてもよい。酸により、pH は約 2 . 8 ~ 約 6、または約 3 . 5 ~ 約 5

10

【 0 0 5 4 】

帯電添加物を適した有効量、例えばトナーの約 0 . 1 ~ 約 1 5 重量 %、約 1 ~ 約 1 5 重量 %、または約 1 ~ 約 3 重量 % で使用してもよい。本実施形態における適した帯電添加物としては、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、負電荷 - 増強添加剤、例えば、アルミニウム錯体、および周知の、または最近発見もしくは開発された他の帯電添加物が挙げられる。

【 0 0 5 5 】

トナーはまた、フィラー、例えば、石英、シリケート類、アルミノシリケート類、コランダム、セラミックフィラー類、ガラス、カーボネート類、例えばチヨーク、カオリン、無機繊維など、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、硫酸マグネシウム、および任意の他の周知の、または最近開発されたフィラー材料を含んでもよく、トナーのレオロジー特性を調節するのに適した量で含有される。

20

【 0 0 5 6 】

トナーはまた、離型剤またはレベリング剤、例えば、シリコーンをそれらの周知の効果のために含むことができる。適したシリコーンレベリング剤としては、アミノ、ヒドロキシル、カルボキシル、カルピノール、メタクリレート (アクリレート)、ハロアルコキシ、ヒドリド、ハロアルキル、メルカプト、酸無水物、カルボキシアルキル、およびビニル基から選択される末端官能基を有するジアルキルポリシロキサン類、および架橋ポリジメチルシロキサンなどの樹脂が挙げられる。市販のシリコーン類は、例えば、約 1 , 0 0 0 ~ 約 2 0 0 , 0 0 0 の重量平均分子量を有し、一方、市販の架橋シロキサン類は、約 4 0 , 0 0 0 ~ 約 1 , 0 0 0 , 0 0 0 の重量平均分子量を有すると考えられる。

30

【 0 0 5 7 】

凝集工程条件は、所望のサイズおよびサイズ分布のトナー粒子が得られるまで続けてもよい。サイズは、サンプルをとり、例えば、粒子サイジング装置を用いて粒子サイズを評価することにより、モニタしてもよい。本実施形態では、クールタ (C o u l t e r ) 原理を利用する粒子 - サイジング装置、例えばクールタ・カウンタにより測定すると、3 0  $\mu$ m 未満、約 1 ~ 約 2 5  $\mu$ m、または約 3 ~ 約 1 0  $\mu$ m の体積平均直径、例えば、約 1 . 1 0 ~ 約 1 . 3、または約 1 . 1 5 ~ 約 1 . 2 5 の狭い G S D を有する凝集粒子が得られる。

40

【 0 0 5 8 】

凝集粒子が所望のサイズの到達した時点で、懸濁液は合一される。

【 0 0 5 9 】

凝集工程後に得られた粒子を、例えば水で洗浄し、またはすすぎ、残留凝集剤を除去し、乾燥させると、樹脂と、蠟と、必要に応じて用いる添加剤、例えば着色剤および硬化剤と、を含むトナー粒子が得られる。トナー粒子をスクリーニングおよび / または濾過工程にかけ、望ましくない粗粒子をトナーから除去してもよい。

【 0 0 6 0 】

本実施形態では、トナーを合一する工程は、非架橋樹脂の T g と大体等しい、またはそれ以上の温度で、約 0 . 5 ~ 約 1 . 5 時間、攪拌および加熱する工程を含む。本実施形態

50

では、合一温度は約75～約97、または約85～95である。合一工程は、攪拌により促進してもよい。本実施形態では、合一工程は、約75～約97、または約85～95で、約0.5～約6時間、または約2～約5時間、攪拌および加熱する工程を含む。

【0061】

本実施形態における凝集混合物を、約1～約8時間、または約1～約5時間にわたり、約20～約40の雰囲気温度まで徐々に冷却させてもよい。

【0062】

約7～約12、または約9～約11のpHで、約45～約70、または約50～約70で、洗浄を実施してもよい。洗浄工程は、トナー粒子を含む濾過ケーキを脱イオン水中で濾過、再スラリー化する工程を含んでもよい。濾過ケーキを脱イオン水により1～数回洗浄してもよく、または約4のpHの1回の脱イオン水洗浄により洗浄してもよい。この場合、スラリーのpHは酸で調節し、その後、必要に応じて1または複数回の脱イオン水洗浄を実施する。

10

【0063】

本実施形態のトナーは、約30μm未満、例えば、約1～約15μm、または約3～約10μmの体積平均直径、および約1.3未満、例えば、約1.0～約1.3、または約1.15～約1.25の粒子サイズ分布（それぞれ、例えば、クールクタ原理を利用する粒子サイジング装置を用いて測定される）を有する粒子を含み、ここで、トナーは安定な摩擦電気帯電性能を有する。狭い粒子サイズ分布により、きれいなトナー粒子転写が可能となり、これにより、得られる画像の解像度が向上する。トナー粒子は、小粒子サイズおよび狭いサイズ分布を有してもよい。

20

【0064】

本実施形態のトナーは低い溶融定着温度および広い溶融定着許容範囲を有してもよく、最大定着温度は約120～約200、または約150～約180であり、溶融定着許容範囲は、約10を超える温度、約10～約100、または約20～約100である。

【0065】

本実施形態のトナーは約45およびそれ以上の温度で優れたブロッキング特性を有することができる。複数の態様では、トナーは低い画像光沢を有してもよく、BYKガードナー（Gardner）マイクロ-光沢計で測定すると、75°の光沢は30GGU未満、または約10～約20GGUである。

30

【0066】

本実施形態のトナーは高い透過-光学密度を有してもよく、ここで、透過-光学密度は、例えば、マクベス（Macbeth）TR924濃度計により測定すると、約1.4より大きく、例えば、約1.4～約2.0である。

【0067】

本実施形態のトナーは、優れたストリッパー-フィンガー性能を示し、この場合、溶融定着させたトナー画像上では、ストリッパー-フィンガーマーク、例えば、引っかき傷および画像光沢の変化が、実質的には観察されない。

40

【0068】

本実施形態のトナーは、優れた文書オフセット性能を示し、この場合、溶融定着した画像文書から隣接する溶融定着した画像文書、トナーからトナーおよびトナーから紙への転写へのトナーオフセットが、実質的には観察されない。この場合、文書は、80g/cmの負荷、60、および相対湿度50%で24時間保存される。

【0069】

例えば、濾過により単離した後、表面添加剤をトナー粒子に添加してもよく、その後、必要に応じて洗浄、乾燥を実施してもよい。適した表面添加剤としては、金属塩類、脂肪酸類の金属塩類、コロイドシリカ類、チタン酸化物類、それらの混合物などが挙げられ、それらの添加剤は、約0.1～約2重量%の量で存在してもよい。これらの添加剤は、凝

50

集中に組み入れることができ、またはトナー中にブレンドすることができる。トナーはまた、有効量、例えば約0.1～約5重量%の帯電添加物、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、アルミニウム錯体のような負電荷-増強添加物などを含んでもよい。他の正電荷および負電荷増強添加物を選択してもよい。

【0070】

本実施形態では、トナーは、例えば、乾燥ブレンドにより、1または複数の添加剤、例えば、流動性支援添加剤、硬化剤、フロー促進剤およびフロー制御剤、帯電添加物、例えば以上で記述したもの、およびフィラー、例えば酸化アルミニウムおよびシリカを、単独で、または組み合わせて組み入れてもよい。他の添加剤もまた、含有させてもよい。

【0071】

トナーは必要に応じて、フロー促進剤およびフロー制御剤、例えば外部添加剤粒子とブレンドしてもよい。これらは通常、トナー表面上に存在する。これらの添加剤の例としては、金属酸化物類、例えば酸化チタン、酸化スズ、これらの混合物、など、コロイドシリカ類、金属塩類および脂肪酸の金属塩類、例えばステアリン酸亜鉛、アルミニウム酸化物類、セリウム酸化物類、およびそれらの混合物が挙げられる。これらのフロー補助剤は一般に、約0.1～約5重量%、または約0.1～約1重量%の量で存在する。

【0072】

乾式ブレンドした混入添加物の総量は、添加剤を含まない組成物の総量を基本として、約0.01～約10重量%の範囲としてもよく、いくつかの態様では、約0.1～約1.0重量%の範囲としてもよい。しかしながら、より多い、またはより少ない量の添加剤を使用してもよい。

【0073】

本実施形態のプロセスを使用して、任意のサイズの反応器内でトナー粒子を製造することができ、このように商業的に重要である。ベンチ反応器からより大規模な反応器への、プロセスの拡大は、当技術分野における実践者により容易に達成することができる。

【0074】

得られたトナーは、カラープロセスおよびリソグラフィーを含む、周知の電子写真画像形成、デジタルおよび他の印刷プロセスのために選択することができる。得られたトナーは、カラー画像の現像にとりわけ有益であり、優れた線およびべた(solid)解像度を有し、実質的にバックグラウンド堆積物が存在しない。

【0075】

現像剤組成物は、本実施形態のプロセスにより得られたトナーを、例えば、トナーの約2～約15重量%の、コートキャリア、例えば鋼、フェライトなどを含む、周知のキャリア粒子と混合することにより調製することができる。キャリア粒子はまた、ポリマーコーティングを有するキャリアコアから構成されてもよく、例えば、約5～約60重量%の量で、導電性カーボンブラックのような導電性成分を分散させてもよい。

【0076】

本実施形態のトナーおよび現像剤は、画像形成プロセスにおいて使用してもよい。

【0077】

〔比較例1〕

9重量%の蠟を含むトナー

樹脂開始(onsset)Tgが約51のステレン/ブチルアクリレート/ -CEA樹脂ラテックス191.40gと、ステレン/ブチルアクリレート/ジビニルベンゼン/ -CEAゲルラテックス75.00gと、水性ポリワックス(POLYWAX、登録商標)850蠟エマルジョン54.3gと、CaClを含む水性帯電制御溶液9.9gとを、容器中の脱イオン水479.1gに添加し、約4,000回転/分(rpm)で動作するイカウルトラトラックス(IKA ULTRA TURRAX、登録商標)T50ホモジナイザを用いて攪拌させた。その後、リーガル(REGAL、登録商標)330カーボンブラックとネオゲン(NEOGEN)RK(登録商標)アニオン界面活性剤を含むブラック顔料分散物114.9gを添加し、続いて、PACと0.02M硝酸溶液を含む

10

20

30

40

50

凝固剤混合物 30.6 g を滴下した。凝固剤混合物を滴下しながら、ホモジナイザ速度を約 5,200 rpm まで増加させ、さらに 5 分間ホモジナイズした。

【0078】

混合物を 2 リットルのガラス反応器に移し、約 1 / 分で約 52 まで加熱し、その温度で約 1.5 ~ 約 2 時間保持すると、体積平均粒子直径が約 5 μm となった (クールタカウンタで測定)。加熱中、攪拌機を約 250 rpm で動作させ、約 52 の設定温度に到達して 10 分後、攪拌機速度を約 220 rpm まで減少させた。

【0079】

追加の スチレン / ブチルアクリレート / - C E A 樹脂ラテックス 124.6 g を、反応器混合物に添加し、さらに約 30 分間、約 52 で凝集させると、体積平均粒子直径が約 5.5 μm となった。1.0 M の水酸化ナトリウム溶液を添加し pH を 7 に調整することにより、粒子サイズを凍結させた。混合物を約 1 / 分で約 93 まで加熱し、続いて、0.3 M 硝酸溶液を添加することにより、pH を 4.5 に調節し、30 分後に、4.0 に調節した。攪拌を約 93 で 4 時間続け、粒子の合一および球状化を可能とした。その後、ヒーターを切り、混合物を一晩中、約 10 ~ 12 時間、室温まで冷却させた。

10

【0080】

得られたトナー混合物は、約 16.7 重量 % のトナーと、0.4 重量 % のアニオン界面活性剤と、約 82.7 重量 % の水とを含んだ。トナーは、約 81 % のスチレン / ブチルアクリレート / - C E A コポリマと、約 10 % の顔料と、約 9 % の蠟とを含んだ。体積平均粒子直径および体積 - 粒子サイズ分布はそれぞれ、5.8 μm および 1.21 であった。

20

【0081】

〔比較例 2〕

7 重量 % の蠟を含むトナー

樹脂開始 T g が約 51 の スチレン / ブチルアクリレート / - C E A 樹脂ラテックス 200.3 g と、スチレン / ブチルアクリレート / ジビニルベンゼン / - C E A ゲルラテックス 75.0 g と、水性ポリワックス (登録商標) 850 蠟エマルジョン 42.2 g と、CaCl を含む水性帯電制御溶液 9.9 g とを、容器中の脱イオン水 482.2 g に添加し、約 4,000 rpm で動作するイカ ウルトラ ツラックス (登録商標) T50 ホモジナイザを用いて攪拌させた。その後、リーガル (登録商標) 330 カーボンブラックとネオゲン R K (登録商標) アニオン界面活性剤を含むブラック顔料分散物 114.0 g を添加し、続いて、PAC と 0.02 M 硝酸溶液を含む凝固剤混合物 30.6 g を滴下した。凝固剤混合物を滴下しながら、ホモジナイザ速度を約 5,200 rpm まで増加させ、さらに 5 分間ホモジナイズした。

30

【0082】

混合物を 2 リットルのガラス反応器に移し、約 1 / 分で約 52 まで加熱し、その温度で約 1.5 ~ 約 2 時間保持すると、体積平均粒子直径が約 5 μm となった (クールタカウンタで測定)。加熱中、攪拌機を約 250 rpm で動作させた。約 52 の設定温度に到達して 10 分後、攪拌機速度を約 220 rpm まで減少させた。

【0083】

40

追加の スチレン / ブチルアクリレート / - C E A 樹脂ラテックス 124.6 g を、反応器混合物に添加し、さらに約 30 分間、約 52 で凝集させると、体積平均粒子直径が約 5.5 μm となった。1.0 M の水酸化ナトリウム溶液を添加し pH を 7 に調整することにより、粒子サイズを凍結させた。混合物を約 1 / 分で約 93 まで加熱し、続いて、0.3 M 硝酸溶液を添加することにより、pH を 4.5 に調節し、30 分後に、4.0 に調節した。その後、攪拌を約 93 で 4 時間続け、粒子の合一および球状化を可能とした。その後、ヒーターを切り、混合物を一晩中、約 10 ~ 12 時間、室温まで冷却させた。

【0084】

得られたトナー混合物は、約 16.7 重量 % のトナーと、0.4 重量 % のアニオン界面

50

活性剤と、約 82.7 重量%の水とを含んだ。トナーは、約 83%のスチレン/ブチルアクリレート/ -CEAコポリマと、約 10%の顔料と、約 7%の蠟とを含んだ。体積平均粒子直径および体積 - 粒子サイズ分布はそれぞれ、5.8 μm および 1.20 であった。得られたトナーを洗浄し乾燥させた。

【0085】

〔実施例 1〕

3.6 重量%の蠟を含むトナー

樹脂開始 Tg が約 51 のスチレン/ブチルアクリレート/ -CEA樹脂ラテックス 215.7 g と、スチレン/ブチルアクリレート/ジビニルベンゼン/ -CEAゲルラテックス 75.0 g とを、容器中の脱イオン水 471.4 g に添加し、約 4,000 rpm で動作するイカ ウルトラ ツラックス（登録商標）T50 ホモジナイザを用いて攪拌させた。リーガル（登録商標）330カーボンブラックとネオゲン RK（登録商標）アニオン界面活性剤を含むブラック顔料分散物 114.0 g を添加し、続いて、PAC 混合物と 0.02 M 硝酸溶液を含む凝固剤混合物 30.6 g を滴下した。凝固剤混合物を滴下しながら、ホモジナイザ速度を約 5,200 rpm まで増加させ、さらに 5 分間ホモジナイズした。

【0086】

混合物を 2 リットルのガラス反応器に移し、約 1 / 分で約 52 まで加熱し、その温度で約 1.5 ~ 約 2 時間保持すると、体積平均粒子直径が約 5 μm となった（クールタカウンタで測定）。加熱中、攪拌機を約 250 rpm で動作させた。約 52 の設定温度に到達して 10 分後、攪拌機速度を約 220 rpm まで減少させた。

【0087】

追加のスチレン/ブチルアクリレート/ -CEA樹脂ラテックス 124.6 g とポリワックス（登録商標）850 蠟エマルジョン 21.4 g をビーカー中で混合し、約 25,000 rpm で動作するイカ ウルトラ ツラックス（登録商標）T50 ホモジナイザを用いて約 3 分間ホモジナイズし、その後、混合物に添加し、さらに約 30 分間、約 52 で凝集させると、体積平均粒子直径が約 5.5 μm となった。1.0 M の水酸化ナトリウム溶液を添加し pH を 7 に調整することにより、粒子サイズを凍結させた。

【0088】

反応器混合物を約 1 / 分で約 93 まで加熱し、続いて、0.3 M 硝酸溶液を添加することにより、pH を 4.5 に調節し、30 分後に、4.0 に調節した。攪拌を約 93 で 4 時間続け、粒子の合一および球状化を可能とした。その後、ヒーターを切り、混合物を一晩中、約 10 ~ 12 時間、室温まで冷却させた。

【0089】

得られたトナー混合物は、約 16.7 重量%のトナーと、0.4 重量%のアニオン界面活性剤と、約 82.7 重量%の水とを含んだ。この混合物のトナーは、約 86.4%のスチレン/ブチルアクリレート/ -CEAコポリマと、約 10%の顔料と、約 3.6%の蠟とを含んだ。体積平均粒子直径および体積 - 粒子サイズ分布はそれぞれ、6.1 μm および 1.23 であった。

【0090】

〔実施例 2〕

5 重量%の蠟を含むトナー組成物

樹脂開始 Tg が約 51 のスチレン/ブチルアクリレート/ -CEA樹脂ラテックス 209.2 g と、スチレン/ブチルアクリレート/ジビニルベンゼン/ -CEAゲルラテックス 75.0 g とを、容器中の脱イオン水 449.6 g に添加し、約 4,000 rpm で動作するイカ ウルトラ ツラックス（登録商標）T50 ホモジナイザを用いて攪拌させた。その後、リーガル（登録商標）330カーボンブラックとネオゲン RK（登録商標）アニオン界面活性剤を含むブラック顔料分散物 114.0 g を添加し、続いて、Ca を含む水性電荷制御溶液 9.9 g を添加し、続いて、PAC と 0.02 M 硝酸溶液を含む凝固剤混合物 30.6 g を滴下した。綿状凝集剤混合物を滴下しながら、ホモジナイザ速

10

20

30

40

50

度を約 5,200 rpm まで増加させた。水性ポリワックス（登録商標）850 蠟エマルジョン 30.2 g を上記混合物に添加し、混合物をさらに 5 分間ホモジナイズした。

【0091】

その後、混合物を 2 リットルのガラス反応器に移し、約 1 / 分で約 51 まで加熱し、その温度で約 1.5 ~ 約 2 時間保持すると、体積平均粒子直径が約 5 μm となった（クーラカウンタで測定）。加熱中、攪拌機を約 360 rpm で動作させ、約 51 の設定温度に到達して 10 分後、攪拌機速度を約 220 rpm まで減少させた。

【0092】

追加のステレン/ブチルアクリレート/ - CEA 樹脂ラテックス 124.60 g を、反応器混合物に添加し、さらに約 30 分間、約 51 で凝集させると、体積平均粒子直径が約 5.5 μm となった。1.0 M の水酸化ナトリウム溶液を添加し pH を約 7 に調整することにより、粒子サイズを凍結させた。

【0093】

反応器混合物を約 1 / 分で約 93 まで加熱し、続いて、0.3 M 硝酸溶液を添加することにより、pH を約 4.2 に調節し、30 分後に、約 3.7 に調節した。攪拌を約 93 で 4 時間続け、粒子の合一および球状化を可能とした。その後、ヒーターを切り、混合物を一晩中、約 10 ~ 12 時間、室温まで冷却させた。

【0094】

得られたトナー混合物は、約 17.2 重量% のトナーと、0.4 重量% のアニオン界面活性剤と、約 82.1 重量% の水とを含んだ。この混合物のトナーは、約 85% のステレン/ブチルアクリレート/ - CEA コポリマと、約 10% の顔料と、約 5% の蠟とを含んだ。トナーの体積平均粒子直径および体積 - 粒子サイズ分布はそれぞれ、5.65 μm および 1.21 であった。得られたトナーを洗浄し、乾燥させた。比較例 1 の対照トナーと比べ、遅延蠟添加により最小定着温度およびホットオフセット温度は影響されない。指紋（フィンガーマーク：finger mark）は検出されなかった。

【0095】

比較例 1 および 2 ならびに実施例 1 および 2 のトナーの溶融定着性能を表 1 に示す。

【表 1】

	蠟量 (%)	最小溶融定着温度 (°C)	ホットオフセット温度 (°C)	ストリッパーフィンガーマーク
比較例 1	9	170	≥ 210	無
比較例 2	7	175	≥ 210	よくない
実施例 1	3.6	178	≥ 210	無
実施例 2	5	172	≥ 210	無

【0096】

表 1 から、バルク蠟を 9 重量% から 7 重量% に減少させても、溶融定着性能、特に最小定着温度およびホットオフセット温度には有意の影響はない。しかしながら、比較例 1 から比較例 2 にバルク蠟量を減少させると、ストリッパー・フィンガーマーク性能にかなりの悪影響があることが示される。対照的に、実施例 1 および 2 に示すように遅延蠟プロセスにより、蠟量を低下させることができ、この場合、蠟は実質的にトナーコアから排除され、溶融定着性能に著しい影響が観察される。最小溶融定着温度およびホットオフセット温度が遅延蠟添加により影響されないだけでなく、これらのトナーのストリッパー・フィンガーマーク性能は優れていた。

## フロントページの続き

- (72)発明者 エンノ イー アグル  
カナダ オンタリオ トロント グレングローブ アベニュー ウェスト 52
- (72)発明者 ウァファ エフ バシール  
カナダ オンタリオ ミッシソーガ スノーボール ロード 3341
- (72)発明者 マリア エヌ ヴィ マクドウガル  
カナダ オンタリオ オークビル ハイハースト クレセント 3449
- (72)発明者 エミリィ エム ムーア  
カナダ オンタリオ ミッシソーガ ウェルウィン ドライブ 1186
- (72)発明者 シグァン エス チウ  
カナダ オンタリオ トロント グリーンロー アベニュー 309 6E1
- (72)発明者 ウラディスラフ スコロークハッド  
カナダ オンタリオ ミッシソーガ チャルフォント クレセント 5855
- (72)発明者 ダリル ヴァンビーシェン  
カナダ オンタリオ パーリントン パスフィンダー ドライブ 2249
- (72)発明者 エドワード ジー ツワアルツ  
カナダ オンタリオ ミッシソーガ インバースハウス ドライブ 915 ユニット 85
- (72)発明者 ジョセフ エイ パーテル  
アメリカ合衆国 カリフォルニア ダブリン キーガン ストリート 4314
- (72)発明者 パトリシア エイ パーンズ  
カナダ オンタリオ ミルトン ストラスコナ コート 583
- (72)発明者 ティー プライアン マカネニ  
カナダ オンタリオ パーリントン ウッドビュー ロード 581
- (72)発明者 リチャード ピー エヌ ヴァージン  
カナダ オンタリオ ミッシソーガ チェリントン クレセント 3515
- (72)発明者 ポール ジェイ ゲロール  
カナダ オンタリオ オークビル サール コート 2074

審査官 福田 由紀

- (56)参考文献 特開2005-099081(JP,A)  
特開2005-099535(JP,A)  
特開2005-227671(JP,A)

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