

(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2014-201741

(P2014-201741A)

(43) 公開日 平成26年10月27日(2014. 10. 27)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C09C 3/08 (2006.01)	C09C 3/08	4 J O 3 7
C09B 67/46 (2006.01)	C09B 67/46	B 4 J O 3 9
C09B 67/00 (2006.01)	C09B 67/00	Z
C09D 11/32 (2014.01)	C09D 11/32	
C09D 11/326 (2014.01)	C09D 11/326	
審査請求 未請求 請求項の数 10 O L (全 16 頁)		

(21) 出願番号	特願2014-54694 (P2014-54694)	(71) 出願人	596170170
(22) 出願日	平成26年3月18日 (2014. 3. 18)		ゼロックス コーポレイション
(31) 優先権主張番号	13/857, 035		XEROX CORPORATION
(32) 優先日	平成25年4月4日 (2013. 4. 4)		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	100079049
			弁理士 中島 淳
		(74) 代理人	100084995
			弁理士 加藤 和詳
		(72) 発明者	エンノ・エリック・アグル
			カナダ国 オンタリオ州 エム4アール
			1エヌ7 トロント グレングローヴ・ア
			ベニュー・ウェスト 52
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 乾燥フラッシュ顔料を用いた、相転移インクのための低コストプロセス

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】乾燥フラッシュ顔料を製造する方法、及び前記乾燥フラッシュ顔料を用いて、相転移インクを製造する方法の提供。

【解決手段】乾燥顔料を与える工程と、フラッシング剤と乾燥顔料とを混合し、前記乾燥顔料の粒子をフラッシング剤に分散する工程とを含み、乾燥フラッシュ顔料が、少なくとも20重量%の乾燥顔料を含み、フラッシング剤が、ステアシルステアリン酸アミドワックスである乾燥フラッシュ顔料の製造方法。相転移インクは乾燥フラッシュ顔料とインク担体と、分散剤と、任意要素の相乗剤とを混合することにより製造する。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

乾燥フラッシュ顔料を製造する方法であって、
乾燥顔料を与える工程と、
フラッシング剤と乾燥顔料とを混合し、前記乾燥顔料の粒子をフラッシング剤に分散する工程と、を含む、方法。

【請求項 2】

前記乾燥フラッシュ顔料が、少なくとも 20 重量%の乾燥顔料を含む、請求項 1 に記載の乾燥フラッシュ顔料を製造する方法。

【請求項 3】

前記前記フラッシング剤が、ステアリルステアリン酸アミドワックスである、請求項 1 に記載の乾燥フラッシュ顔料。

【請求項 4】

顔料濃縮物を製造する方法であって、
乾燥顔料とフラッシング剤を含む乾燥フラッシュ顔料を与える工程と、
インク担体、分散剤または相乗剤のうち、1つ以上の群と、前記乾燥フラッシュ顔料とを混合し、前記混合物を粉碎し、前記顔料濃縮物を作成する工程とを含む、方法。

【請求項 5】

前記顔料濃縮物が、多分散指数が 0.01～0.5 の範囲である、請求項 4 に記載の顔料濃縮物を製造する方法。

【請求項 6】

前記分散剤と前記顔料の重量比が、0.05～2.0 の範囲に存在する、請求項 4 に記載の顔料濃縮物を製造する方法。

【請求項 7】

相転移インクを製造する方法であって、前記方法は、
乾燥顔料とフラッシング剤を含む乾燥フラッシュ顔料を利用して作られる顔料濃縮物を与える工程と、

インク担体を与える工程と、

分散剤を与える工程と、

任意要素の相乗剤を与える工程と、

前記顔料濃縮物と、前記インク担体と、前記分散剤と、前記任意要素の相乗剤とを混合して相転移インクを製造する工程とを含む、方法。

【請求項 8】

前記顔料が、前記顔料濃縮物の約 15～60 重量%の量で存在する、請求項 7 に記載の相転移インクを製造する方法。

【請求項 9】

前記顔料濃縮物中の顔料が、Z 平均粒径が 75 nm～250 nm の範囲である、請求項 7 に記載の相転移インクを製造する方法。

【請求項 10】

前記インク担体が、ステアリルステアリン酸アミドワックスである、請求項 7 に記載の相転移インクを製造する方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は、一般的に、相転移インクに関し、さらに、本開示は、乾燥フラッシュ顔料を用いる相転移インクの調製に関する。

【背景技術】

【0002】

これらのインクジェット記録プロセスおよび他のインクジェット記録プロセスでは、使用されるインクが種々の厳格な性能特徴を満たすことが必要である。これらの性能特徴は

10

20

30

40

50

、一般的に、記録装置（万年筆、フェルトペンなど）のような他の液体インク用途の性能特徴よりも厳しい。

【0003】

顔料の粒径を減らすのに利用される技術は、印刷産業およびコーティング産業の重要な分野である。顔料の粒径を小さくするのに有効な既知の方法は、顔料濃縮物またはマスターバッチを作成することである。次いで、顔料濃縮物を粉碎し、生成物のための最終的な顔料保持率まで下げ、この場合、顔料保持率は、1～2重量%と低くてもよい。特定の操作条件で、顔料濃縮物がある位置で製造し、数百キロメートルまたは数千キロメートル離れていてもよい別の位置で最終生成物を製造する。したがって、輸送費用は、顔料製品を製造するときの経済の重要な因子である。

10

【0004】

顔料相転移インクの場合、顔料と担体とを含む顔料濃縮物（例えば、Kemamide（登録商標）S-180ステアリルステアリン酸アミドワックスのようなワックス）を製造することが有用である。最初に、アトライタを用いて濃縮物を製造し、この製造した濃縮物は、約20重量%の顔料を含む。このプロセスを高温（約120℃）で数日間行った。次いで、さらに有効なプロセスを用いて顔料濃縮物を製造し、バスケットまたはイマージョンミル（例えば、Hockmeyerイマージョンミル）で濃縮物を製造した。Hockmeyerマイクロミルは、ジャケット付き容器と粉碎ヘッド（バスケットアセンブリ）を備えていた。粉碎ヘッドで利用する研磨媒体は、例えば、ジルコニア粒子を含んでもよい。40重量%程度の多くの顔料を含む顔料濃縮物の粉碎時間は、5時間未満まで短くなった。したがって、5時間を必要とするプロセスで顔料濃縮物を製造する費用は、7日間を必要とするプロセスよりもかなり低い。

20

【0005】

Hockmeyerプロセスは、数時間以内に担体の高品質分散物を与えるが、Hockmeyerプロセスは、粉碎ヘッド中で分散ブレードを非常に大きな回転速度（例えば、毎分5000回転またはそれより早い速度）で操作する必要がある。したがって、相転移インク配合物のための顔料濃縮物を製造する費用をさらに下げる必要がある。したがって、輸送費用は、顔料製品を製造するときの経済の重要な因子である。

【0006】

ゼログラフィー印刷用途のトナーのための精密に分散させた顔料を供給する有効な方法は、フラッシュ顔料による方法である。フラッシュ顔料は、乾燥顔料と比較して、溶融混合したトナーでは顕著に良好な顔料分散物を含む。計画上の顔料製造プロセスでは、水系混合物または水溶液から顔料を沈殿させるか、または結晶化させることができる。水を濾別した後、生成物は、プレスケーキ（またはウェットケーキ）と呼ばれる。プレスケーキをさらに乾燥させて顔料粉末を製造する場合、凝集および／または集塊した顔料粒子は、溶融混合デバイス（例えば、押出機）にトナーを再び分散させるのに多くの量のエネルギーを必要とする。フラッシングプロセスでは、プレスケーキとトナー樹脂とを高い含量保持量で混合し、フラッシャー（例えば、押出機、シグマミキサーなど）で加熱する。トナー樹脂を加熱し、場合により減圧にしつつ軟化させるにつれ、顔料粒子の間の水が樹脂によって置き換わる。これによって、「フラッシュ顔料」または「濡れたフラッシュ顔料」と呼ばれる樹脂中の顔料混合物が得られる。本実施形態の乾燥フラッシュ顔料を区別するために、「濡れたフラッシュ顔料」という名称（すなわち、「フラッシュ顔料」または「プレスケーキからのフラッシュ顔料」）を使用する。フラッシングプロセスの利点は、顔料粒子が凝集せず、それによって、トナー中のフラッシュ顔料分散物の品質が、乾燥顔料の場合より良いことである。

30

40

【0007】

Xeroxに帰属し、本明細書に参考として組み込まれる米国特許出願第20090297714号は、顔料がフラッシュ顔料の形態でインク配合物に導入される相転移インクを調製するためのプロセスを開示する。フラッシングプロセスは、種々のインク成分（例えばワックスなど）を加え、フラッシュ顔料に変換される顔料の水系プレスケーキを含む

50

。しかし、このプロセスが高品質インクを製造するために十分に機能するかどうかは確認されていなかった。

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0008】

いくつかの実施形態では、乾燥フラッシュ顔料は、乾燥顔料と、フラッシング剤とを含み、乾燥顔料の粒子をフラッシング剤に分散させる。乾燥フラッシュ顔料は、少なくとも20重量%の乾燥顔料を含む。乾燥フラッシュ顔料は、20～80重量%の乾燥顔料を含む。いくつかの実施形態では、乾燥フラッシュ顔料を利用する相転移インクのための顔料濃縮物を調製するためのプロセスは、乾燥顔料とフラッシング剤を混合することと、乾燥顔料とフラッシング剤の混合物を加熱することと、乾燥顔料とフラッシング剤の加熱した混合物を混合し、フラッシング剤で顔料を塗らし、顔料粒子をフラッシング剤に分散させ、乾燥フラッシュ顔料を作成することとを含む。いくつかの実施形態では、混合工程中に乾燥顔料を減圧にし、乾燥顔料の粒子から空気を抜いてもよい。いくつかの実施形態では、このプロセスは、インク担体、分散剤または相乗剤からなる群のうち1つ以上を溶融し、混合することと、乾燥フラッシュ顔料と、上述の溶融した混合物とを混合することと、上述の溶融した混合物を粉砕し、顔料濃縮物を作成することと、をさらに含む。アトライタによる粉砕プロセスを用いて粉砕を行ってもよい。いくつかの実施形態では、このプロセスは、顔料濃縮物を冷却することと、顔料濃縮物を砕くことをさらに含んでもよい。

【図面の簡単な説明】

【0009】

【図1】図1は、一実施形態による乾燥フラッシュ顔料を利用して相転移インクを調製するプロセスを示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0010】

一実施形態では、相転移インクを調製するためのプロセスは、(i)顔料とフラッシング剤に対する第1の混合工程を行い、フラッシュ顔料を作成することと、(ii)フラッシュ顔料と、さらなる1つ以上のインク成分に対する第2の混合工程を行い、顔料濃縮物を作成することと、(iii)顔料濃縮物およびさらなる1つ以上のインク成分に対する第3の混合工程を行い、最終的なインク配合物を作成することと、を含む。

【0011】

特許公開第20090297714号に記載される濡れたフラッシュ顔料の場合、第1の混合工程は、塗れたケーキの形態の顔料を水相から非水相へとフラッシングし、顔料分散物を生成する。本実施形態で利用する乾燥フラッシュ顔料の場合、ウェットケーキの代わりに乾燥顔料を使用し、フラッシングプロセス中に水は除去されない。濡れた顔料または乾燥顔料のフラッシングは、フラッシング剤が軟化するか、または溶融するような高温で起こる。この温度は、例えば、顔料と上述のフラッシング剤を激しく攪拌することによって、80℃～160℃であってもよい。

【0012】

いくつかの実施形態では、乾燥フラッシュ顔料は、フラッシング剤と、乾燥顔料とを含んでもよい。フラッシング剤は、樹脂（例えば、トリアミド樹脂または水素化ロジンのグリセロールエステル、またはこれらの混合物）であってもよい。いくつかの実施形態では、フラッシング剤が、最終的な相転移インクの成分の1つであることが好ましい。いくつかの実施形態では、フラッシング剤は、好ましくは、インク担体である。乾燥フラッシュ顔料は、約60重量%の顔料と、約40重量%のフラッシング剤とを含んでもよい。いくつかの実施形態では、乾燥フラッシュ顔料濃縮物中の顔料の重量は、約20～約80%の範囲であってもよく、フラッシング剤は、それぞれ約20～80%の重量範囲である。一実施形態では、乾燥フラッシュ顔料は、Kemamide（登録商標）S-180ステアリルステアリン酸アミドワックスであるフラッシング剤と混合したマゼンタPR

57 : 1 顔料で構成される。

【0013】

乾燥フラッシュ顔料は、以下の方法によって製造されてもよい。フラッシングプロセス中の混合は、高剪断混合によって、または高トルク混合によって達成することができる。高剪断装置としては、例えば、ローターステーター混合デバイス、Kady. RTMミル、Ross Xシリーズのミキサー、または種々の高剪断ホモジナイザ、例えば、適切な分散要素を取り付けたIKA RTM Ultra Turrax T50 Homogenizerが挙げられる。高剪断混合装置は、速度が、例えば、毎分約1,000回転～毎分約15,000回転であってもよい。高トルク混合装置としては、例えば、混練機、押出機、シグマブレードミキサー、機械攪拌容器などが挙げられる。樹脂中の顔料保持量が大きいと粘度が高いため、高トルクが必要であり、この粘度は、例えば、約1パスカル秒を超える。高トルク混合で使用する装置は、通常は、かなり低い速度で（例えば、毎分1,000回転未満）で操作する。

10

【0014】

フラッシング工程中、フラッシング混合物に熱を加え、フラッシング剤または樹脂を軟化または溶融させてもよい。いくつかの実施形態では、乾燥顔料と混合する前に、フラッシング剤に熱を加えてもよい。いくつかの実施形態では、フラッシング混合物（例えば、乾燥顔料とフラッシング剤）に熱を加えてもよい。さらに、粘性消散によってミキサーからの運動エネルギーを熱に変換し、フラッシング剤を軟化し、溶融したままにし、顔料を分散させる。すでに開示されている濡れた顔料では、運動エネルギーによって、濡れた顔料から水も分離する。乾燥顔料を利用する実施形態では、水は除去されない。混合から生じる熱の結果として、この顔料分散物の温度は、80℃～約160℃の範囲である。いくつかの実施形態では、この温度範囲は、100℃～140℃である。フラッシング工程を約15分～4時間続けることができ、20分～約2時間が、平均的なフラッシング工程の持続時間である。フラッシング工程の持続時間は、フラッシング工程で使用する成分の性質によって変わる。フラッシング工程中の混合物の温度は、冷蔵した加熱循環浴、冷たい空気銃を用いた冷却システムなどを用いることによって制御されてもよい。濡れた顔料を用いたすでに開示されている実施形態では、混合によって発生した熱が、水のほとんどを蒸発させる。場合により、例えば、蒸発、エバポレーション、デカンテーション、遠心分離または他の手段によってもっと多くの水を除去してもよい。乾燥顔料を利用する実施形態では、フラッシング剤によって乾燥顔料を濡らすのを助けるために顔料分散物を減圧にすることが有利であろう。

20

30

【0015】

フラッシング工程終了時に、得られた顔料をフラッシング剤または樹脂を用いて濡らし、分散し、1つ以上のインク成分ともっと簡単に混合し、相転移インクを作成することができる。このようにして、フラッシングプロセスは、インク製造プロセス中の顔料凝集物を破壊する、煩わしく、時に高価なプロセスを減らす。いくつかの実施形態では、乾燥フラッシュ顔料は、約20～80重量%の顔料を含む。いくつかの実施形態では、乾燥フラッシュ顔料は、約30～60重量%の顔料を含む。

【0016】

図1は、一実施形態の乾燥フラッシュ顔料を利用して相転移インクを製造するプロセスを示す。顔料フラッシング工程は、乾燥顔料とフラッシング剤とを混合すること（110）から始まる。乾燥顔料とフラッシング剤を第1の温度まで加熱する（115）。場合により、フラッシング剤のみを第1の温度まで加熱した後、乾燥顔料を添加してもよい。加熱した乾燥顔料とフラッシング剤の混合物をさらに混合し（120）、乾燥顔料粒子をフラッシング剤で濡らし、顔料粒子をフラッシング剤に分散させる。この生成物は、乾燥フラッシュ顔料と呼ばれる。ある実施形態では、120の乾燥フラッシュ顔料を場合により冷却し、砕き（125）、最終的な乾燥フラッシュ顔料を生成してもよい。

40

【0017】

第2の混合工程は、最終的な相転移インクの1つ以上の成分にフラッシュ顔料を分散さ

50

せ、顔料濃縮物を作成する。この混合工程の目的は、顔料の粒径を小さくし、さらに、再凝集が起こらないように粒径を安定化させることである。

【0018】

顔料の粒径を減らすための一般的な実施は、多くの粉碎技術または分散技術の1つを用い、顔料を高い顔料濃度で（最終生成物の顔料濃度よりも高い）水系または非水系の液体媒体に分散させた顔料濃縮物を作成することである。水系または非水系の選択は、最終生成物の形態によって変わる。例えば、ラテックス塗料のための顔料濃縮物は、水系であろう（ラテックス塗料は水系である）。同様に、水系インクジェットインクのための濃縮物は水系であろう。溶媒系インクの場合、顔料濃縮物は、例えば、有機溶媒を含み、非水系であろう。本実施形態で開示するような相転移インクも非水系であり、したがって、本実施形態の顔料濃縮物は、非水系である必要がある。

10

【0019】

相転移インクのための顔料濃縮物の作成において、考慮し、強調するいくつかの鍵となる点または因子が存在する。第1の鍵となる点は、単一の材料であってもよく、または材料混合物であってもよい媒体の選択である。顔料濃縮物は、最終的なインク配合物となり、最終的なインクの1つ以上の成分から媒体が選択されるため、それぞれがインクの性能に対し、ある役割をはたすことが特に好ましい。顔料濃縮物中の媒体の主要成分は、インク担体であってもよい。これにより、分散した顔料が最終インク配合物となり、そのため、時に、インク媒剤と呼ばれる。いくつかの実施形態では、担体が非水系である限り、任意の適切なインク担体を使用することができる。例えば、担体は、ワックスまたは非極性溶媒であってもよい。いくつかの実施形態では、インク担体は、Kemamide（登録商標）S-180ステアリルステアリン酸アミドワックスのようなワックスである。

20

【0020】

いくつかの実施形態では、顔料濃縮物組成物は、顔料粒子が大きな凝集物に凝集しないように防ぎ、沈殿を遅らせることによってインク担体中で顔料粒子を安定化させるのに必要な、分散剤と、任意要素の相乗剤とを含む。一般的に、分散剤および任意要素の相乗剤は、顔料粒子に付着し、立体的に安定化させることによってこの機能を達成する。分散剤化合物と任意要素の相乗剤化合物は、例えば、顔料粒子に吸着し、接続し、またはグラフト接合することによって顔料に付着する。

【0021】

任意の適切な分散剤または望ましい分散剤を選択することができる。任意要素の相乗剤は、修飾されたスルホン化銅フタロシアニンであってもよい。

30

【0022】

担体と分散剤と任意要素の相乗剤とを含む顔料濃縮物への顔料の分散は、顔料保持量が高いことが好ましい。顔料分散装置中で望ましい粒径を達成することは、固体保持量が高い状態ではさらに有効であることが知られている。また、高い固体保持量を使用するとき、顔料の重量あたり、低容積の濃縮物を処理しなければならず、したがって、顔料濃縮物を処理する費用は低くなる。いくつかの実施形態では、顔料の保持量は、濃縮物の10重量%を超え、60重量%まで高くなる。濃縮物中の分散剤および相乗剤の保持量は、顔料に対する重量比としてあらわされることが多い。いくつかの実施形態では、分散剤の顔料に対する比率は、0.05~2.0であり、場合により、相乗剤の顔料に対する比率は、0.05~2.0である。

40

【0023】

顔料濃縮物プロセス中の顔料の分散は、粉碎によって達成することができる。粉碎装置としては、例えば、水平方向および垂直方向のメディアミル、バスケットミル、イマージョンミル、アトライタ、種々の高剪断ホモジナイザ、押出機などが挙げられる。

【0024】

いくつかの実施形態では、本発明の顔料濃縮物を製造するためのプロセスは、生成物の容量が160gのUnion Process Model 01アトライタを使用することができる。担体および任意要素の分散剤および/または任意要素の相乗剤をアトライ

50

タタンクに加え、所望の温度で溶融させることができる。いくつかの実施形態では、溶融温度は、約 110～約 160℃であってもよいが、溶融温度は、これらの範囲に限定されない。溶融した後、溶融した混合物に粉碎媒体を加え、攪拌シャフトを用い、低速で所定時間攪拌する。所定時間経過後、混合物に顔料を加える。いくつかの実施形態では、粉碎媒体は、1/8 インチのステンレス球を含み、攪拌速度は毎分 30～約 100 回転の範囲であってもよい。溶融した混合物にすべてのフラッシュ顔料を加えた後、溶融した混合物および顔料の攪拌を続けつつ、顔料を任意の適切な時間または望ましい時間をかけて濡らす。いくつかの実施形態では、顔料を約 20 分～1 時間かけて濡らす。いくつかの実施形態では、攪拌速度を毎分約 100 回転～約 300 回転まで上げ、任意の適切な時間または望ましい時間、粉碎を行う。粉碎に望ましい時間は、1～3 時間であってもよい。粉碎した顔料混合生成物をアトライタから取り出す。

10

【0025】

顔料濃縮物を製造するとき、乾燥顔料の代わりに乾燥フラッシュ顔料を用いることには多くの利点があり、主な利点は、望ましい顔料粒径を達成するのに必要な時間が顕著に短いことである。いくつかの実施形態では、アトライタ内での乾燥顔料の粉碎は、7 日間かかることがあるが、一方、乾燥フラッシュ顔料を用いると、粉碎時間を 3 時間未満まで減らすことができる。乾燥フラッシュ顔料は、すでに前もって調整されており、つまり、フラッシング剤によってすでに濡らされていることを意味し、したがって、粒径を小さくするプロセスは、もっとかなりすばやく進めることができる。

【0026】

図 1 を再び参照すると、インク担体および任意要素の分散剤および／または相乗剤を溶融し、混合する (130)。次いで、工程 120 または 125 で作成した乾燥フラッシュ顔料を、溶融した混合物と混合する (135)。溶融した混合物を、アトライタによる粉碎プロセスを利用して粉碎するか、または碎き (140)、顔料濃縮物を作成する。ある実施形態では、工程 140 で作成した顔料濃縮物を、場合により冷却するか、または碎く。顔料濃縮物の作成によって顔料の粒径を小さくし、さらなる混合時間を与え、その結果、顔料濃縮物が十分に分散され、安定化する。この工程では、ワックスの溶融温度より高い温度まで混合物を加熱し、高剪断ミキサー (例えば、アトライタまたは Hockmeyer イマージョンミル) で混合を行う。

20

【0027】

その次の工程は、顔料濃縮物からの相転移インクの調製である。図 1 を再び参照すると、顔料濃縮物を溶融し、混合する (150)。別個に、複数のインク基剤成分も溶融し、混合する (155)。溶融し、混合した顔料濃縮物を、溶融し、混合した複数のインク基剤成分と合わせる (160)。次いで、中間体顔料濃縮物を合わせ、溶融した混合物を混合する (165)。最後に、合わせ、混合した顔料濃縮物を濾過し (170)、相転移インクを製造する。

30

【0028】

相転移インクは、担体、着色剤、相乗剤、分散剤などを含む多くの成分で構成されていてもよい。いくつかの実施形態では、相転移インクは、乾燥フラッシュ顔料からの顔料、インク担体、分散剤、任意要素の相乗剤を含んでいてもよい。

40

【0029】

任意の望ましい担体組成物または有効な担体組成物を使用することができる。相転移インクのための適切なインク担体材料の例としては、脂肪族アミド、例えば、モノアミド、トリアミド、テトラアミド、これらの混合物などが挙げられる。

【0030】

さらに、相転移インク担体材料として適切なのは、イソシアネートから誘導される樹脂およびワックス、例えば、ウレタンイソシアネートから誘導される材料、尿素イソシアネートから誘導される材料、ウレタン／尿素イソシアネートから誘導される材料、これらの混合物などである。

【0031】

50

脂肪族アミド材料とイソシアネートから誘導される材料の混合物も、インク担体材料として使用することができる。

【0032】

さらなる適切な相転移インク担体材料としては、パラフィン、微結晶性ワックス、ポリエチレンワックス、エステルワックス、アミドワックス、脂肪酸、脂肪族アルコール、脂肪族アミドおよび他のワックス状材料、スルホンアミド材料、異なる天然源から作られる樹脂状材料（例えば、トール油樹脂およびロジンエステル）、および多くの合成樹脂、オリゴマー、ポリマーおよびコポリマー、例えば、エチレン／酢酸ビニルコポリマー、エチレン／アクリル酸コポリマー、エチレン／酢酸ビニル／アクリル酸コポリマー、アクリル酸とポリアミドのコポリマーなど、イオノマーなど、およびこれらの混合物が挙げられる。

10

【0033】

インク担体は、相転移インク中に任意の望ましい量または有効な量で、一実施形態では、インクの少なくとも約0.1重量%、別の実施形態では、インクの少なくとも約50重量%、さらに別の実施形態では、インクの少なくとも約90重量%、一実施形態では、インクの約95重量%以下、別の実施形態では、インクの約98重量%以下、さらに別の実施形態では、インクの約99重量%の量で存在するが、この量は、これらの範囲からはずれていてもよい。

【0034】

インクは、場合により、酸化防止剤をさらに含んでもよい。インク組成物の任意要素の酸化防止剤は、画像が酸化するのを防ぎ、さらに、インク調製プロセスの加熱部分の間にインク成分が酸化するのを防ぐ。存在する場合、任意要素の酸化防止剤は、インク中に任意の望ましい量または有効な量で、一実施形態では、インクの少なくとも約0.01重量%の量で存在する。

20

【0035】

本明細書に開示するインクは、相転移インクである。相転移インクは、約25℃で固体であり、少なくとも約40℃以上の温度で溶融すると、液体である。このインク組成物は、一実施形態では、ピーク融点が約50℃以上であり、または別の実施形態では、ピーク融点が約100℃以下である。

【0036】

インク組成物は、一実施形態では、溶融開始温度が約50℃以上であり、別の実施形態では、溶融開始温度が約69℃以下である。

30

【0037】

分散剤化合物を、相転移インク中の分散剤として使用することができる。「分散剤として使用」という句は、その分散剤化合物が、顔料粒子がもっと大きな凝集物へと凝集しないように防ぎ、それによって沈殿を遅らせることによって、インク媒剤中の顔料粒子を安定化させることを意味する。一般的に、この分散剤化合物は、顔料粒子に付着し、立体的に安定化させることによってこの機能を達成する。この分散剤化合物は、例えば、顔料粒子に吸着し、接続し、またはグラフト接合することによって顔料に付着する。いくつかの実施形態では、分散剤化合物は、インク中に、インクの約0.1～約25重量%の量で存在していてもよい。例えば、特定の実施形態では、分散剤化合物は、インク中に約1～約10重量%、または約1～約5重量%の量で存在していてもよい。

40

【0038】

本発明の相転移インクは、染料、顔料、これらの混合物などのような任意の適切な着色剤または望ましい着色剤を含んでもよい。着色剤は、望ましい色または色相を得るためにインク中に任意の望ましい量または有効な量で、いくつかの実施形態では、インクの約0.1重量%～約50重量%、約0.1重量%～約20重量%の量で存在していてもよいが、この量は、これらの範囲からはずれていてもよい。

【0039】

コントロール例Iは、当該技術分野で知られているように、乾燥顔料から出発して顔料

50

インク濃縮物をアトライタ内で処理するのに非常に多くの処理時間が必要であることを示す。コントロール例 I I は、当該技術分野で知られているように、乾燥顔料の粉碎に必要な分散プロセスがもっと短いイマージョンミルを利用する分散物プロセスの具体例である。コントロール例 I I での乾燥顔料の粉碎は、アトライタによる粉碎よりももっと高価な技術を使用する。実施例 I I I ~ V は、乾燥フラッシュ顔料と、低コストアトライタによる粉碎プロセスを用いる本実施形態によって達成される改良を示す。アトライタによる粉碎プロセスは、実施例 I I I ~ V を終了させるのに 3 時間までの時間がかかる。これらの実施例の乾燥フラッシュ顔料は、マゼンタ顔料と、Kemamide（登録商標）S-180 ステアシルステアリン酸アミドワックスとを含む。実施例 I I I ~ V の顔料分散物を用いて調製したインクは、Xerox 相転移プリンタの性能要求を満たす。比較例 6 および比較例 7 では、濡れたフラッシュ顔料を用いて製造したインクを、乾燥フラッシュ顔料を用いて製造したインクと比較する。比較例 6 および比較例 7 は、Xerox 相転移プリンタでのそれぞれの良好な性能および悪い性能によって示されるように、乾燥フラッシュ顔料が濡れたフラッシュ顔料と比べて性能が優れていることを示す。

10

【0040】

顔料相転移インク濃縮物および以下の実施例の相転移インクで使用する成分を、それぞれ表 1 および表 2 に記載する。

【表 1】

表 1. 顔料濃縮物

20

成分	組成 重量%
Kemamide (登録商標) S-180	Chemtura Corporation から入手可能なステアシルステアリン酸アミド
Solsperse (登録商標) 17000	Lubrizol Corporation から入手可能なポリマー系分散剤
ポリエチレンイミン分散剤	米国特許第 7,973,186 号の実施例 1 で調製されるような (以下を参照)
Pigment Red 57:1	Clariant Corporation または Sun Chemical Corporation から入手可能なマゼンタ顔料
Mogul (登録商標) L	Cabot Corporation から入手可能なカーボンプラック
Solsperse (登録商標) 5000	誘導体化されたスルホン酸化銅フタロシアニン相乗剤

30

40

【表 2】

表 2. 相転移インク

成分	組成 重量%
ポリエチレンワックス	The International Group Incから入手可能なフラクション化ポリエチレンワックス
トリアミドワックス	米国特許第6, 860, 930号の実施例2で調製されるような（以下を参照）
Kemamide (登録商標) S-180	Chemtura Corporationから入手可能なステアシルステアリン酸アミド
KE-100 (登録商標)	Arakawa Industriesから入手可能なテトラヒドロアビエチン酸とグリセロールのエステル
ウレタン樹脂	米国特許第6, 309, 453号の実施例4で調製されるような（以下を参照）
Naugard (登録商標) 445	Uniroyal Chemical Companyから入手可能な酸化防止剤

10

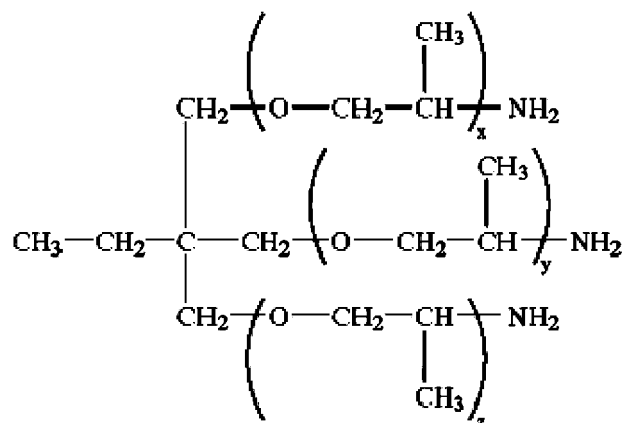
20

【0041】

トリアミドワックス（米国特許第6, 860, 930号の実施例IIで記載されるような）を、（i）350.62g（0.3675モル）のUNICID（登録商標）550（Baker-Petrolite Corp.、Cincinnati、Ohioから得られる式 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{COOH}$ のモノ酸、 n は平均値が約37であり、約34～約40の範囲であると考えられる）と、（ii）0.79gのNAUGARD（登録商標）524（Uniroyal Chemical Company, Inc.、Middlebury、Connから得られる酸化防止剤）とを、Truboreスターラー、窒素注入口、凝縮器を取り付けたDean-Starkトラップ、窒素出口、熱電対—温度制御器を取り付けた1,000ミリリットル4ッ口丸底フラスコに加えることによって調製される。混合物を115℃で加熱し、窒素下、大気圧で溶融させ、攪拌した。次いで、51.33g（0.1167モル）のJEFFAMINE（登録商標）T-403（以下の式を有するHuntsman Corporation、Houston、Texasから得られるトリアミンの混合物）を反応混合物に加えた。

30

【化 1】

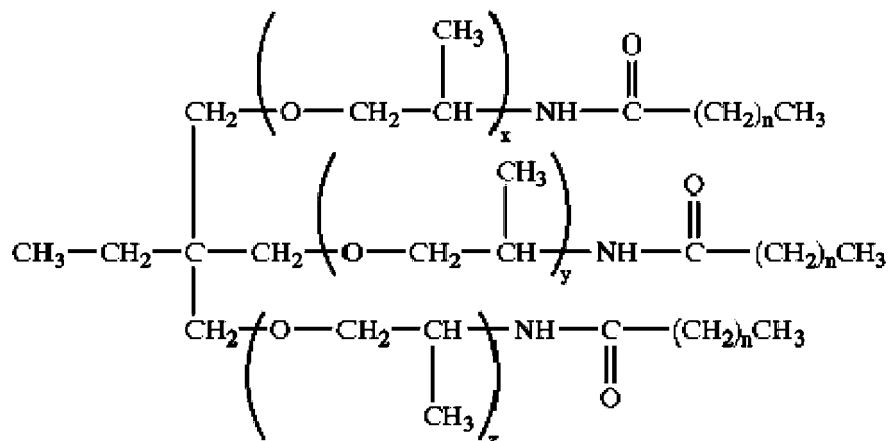


10

式中、 x 、 y 、 z は、それぞれ、繰り返しプロピレンオキシ単位の数であらわす整数であり、 x 、 y 、 z は、それぞれゼロであってもよく、 $x + y + z$ の合計は、約5～約6である。反応温度を0.5時間かけて200℃まで徐々に上げ、その温度でさらに3時間維持した。窒素をゆっくりと吹き込むことによって、ある程度の水が運ばれ、混合物の温度が約180℃に達したとき、トラップ内で凝縮した。次いで、トラップと凝縮器をはずし、約0.5時間、減圧（約25mmHg）にし、その後開放した。液体生成物を約150℃まで冷却し、アルミニウムに注いで固化させた。得られた生成物は、以下の式を有する

20

【化 2】



30

式中、 n 、 x 、 y 、 z は、この実施例で上に定義したとおりである。

【0042】

米国特許第7,973,186号の実施例1に記載するような分散剤を以下のように調製する。192.78gのUnicid（登録商標）700（Baker Petroleumから入手可能な平均炭素鎖の長さが48の長い直鎖カルボン酸）および60.3gのE-100（登録商標）（テトラエチレンペンタミン（TEPA）、ペンタエチレンヘキサミン（PEHA）、ヘキサエチレンヘプタミン（HEHA）の混合物、Huntsmanから入手可能な数平均分子量が250～300g/molの高分子量材料）を、加熱マントル、機械攪拌、Dean-Starkトラップ、環流凝縮器、温度センサを取り付けた1リットル樹脂ケトルに入れる。アルゴン流の下で、ケトル内の温度を100℃まで上げ、樹脂を溶融させた。樹脂が完全に溶融したら、攪拌しつつ温度を180℃まで徐々に上げ、反応を3時間かけて進めた。3.6ミリリットルの水をDean-Starkトラップに集めた。反応を止め、140℃まで冷却し、アルミニウムトレーに取り出し、アミド249gをベージュ色固体として得た。

40

50

【0043】

米国特許第6,309,453号の実施例4に記載されるように調製するウレタン樹脂を以下のように調製する。約80.0g(0.052モル)のARCOL LHT 112(ARCO Chemical Co.から入手可能なグリセロールプロポキシレート)、約46.6g(0.156モル)のオクタデシルイソシアネート(Bayer Corporationから入手可能なMondur O-オクタデシルイソシアネート)を、磁石を入れた200ミリリットルビーカーに入れ、シリコン油浴で115℃まで加熱する。5滴の触媒(Elf Atochem North American, Inc.から入手可能なFascat(登録商標)4202、ジブチルスズジラウレート)を加え、混合物を115℃で2時間反応させた。反応生成物のFT-IRは、約2285cm⁻¹(NCO)のピークの不存在(消失)と、ウレタン周波数に対応する約1740~1680cm⁻¹と約1540~1530cm⁻¹のピークの発生(または大きくなること)を示していた。次いで、最終的なウレタン生成物を標本瓶に注ぎ、冷却し、硬化させた。この最終生成物は、Ferranti-Shirley円錐形-平板粘度計によって約135℃で測定したとき、粘度が約15.8℃であり、DuPont 2100熱量計を用い、走査速度20℃/分で示差走査熱量測定法によって測定したときに融点が約23.8℃であることを特徴とし、室温で固体であった。

10

【0044】

米国特許第7,973,186号の実施例1に記載されるように調製するポリエチレンイミン分散剤を以下のように調製する。192.78gのUnicid(登録商標)700(Baker Petroliteから入手可能な平均炭素鎖の長さが48の長い直鎖カルボン酸)および60.3gのE-100(登録商標)(テトラエチレンペンタミン(TEPA)、ペンタエチレンヘキサミン(PEHA)、ヘキサエチレンヘプタミン(HEHA)の混合物、Huntsmanから入手可能な数平均分子量が250~300g/モルの高分子量材料)を、加熱マントル、機械攪拌、Dean-Starkトラップ、環流凝縮器、温度センサを取り付けた1リットル樹脂ケトルに入れる。アルゴン流の下で、ケトル内の温度を100℃まで上げ、樹脂を溶融させた。樹脂が完全に溶融したら、攪拌しつつ温度を180℃まで徐々に上げ、反応を3時間かけて進めた。3.6ミリリットルの水をDean-Starkトラップに集めた。反応を止め、140℃まで冷却し、アルミニウムトレイに取り出し、アミド249gをベージュ色固体として得た。

20

30

【0045】

コントロール例I-アトライタ中で乾燥顔料を用いたカーボンブラック顔料濃縮物
タンク容量が3リットルのUnion Process Model 1Sアトライタに、約28kgの1/8インチ440Cステンレス鋼媒体を入れた。まず、約1,051gのKemamide(登録商標)S-180ワックス、約79gのSolspers e(登録商標)5000相乗剤、約310gのSolspers e(登録商標)17000ポリマー系分散剤を加えることによって、顔料の濡らし工程を4リットルのステンレスビーカー中で行った。ワックス、相乗剤、分散剤を溶融した後、約360gのMogul(登録商標)Lカーボンブラックを加え、さらに60分攪拌した。次いで、顔料スラリーをアトライタに移し、アトライタによる粉碎を開始した。アトライタによる粉碎温度を約120℃の一定に維持した。毎分約240回転で約284時間(12日間)粉碎した後、約20重量%のカーボンブラックを含み、分散剤と顔料の比率が約0.86:1である最終濃縮物を取り出し、冷却した。Malvern Zetasizer粒径分析機で測定したとき、濃縮物中のカーボンブラックのZ平均粒径は約80ナノメートルであり、多分散指数は約0.141であった。

40

【0046】

コントロール例II-イマージョンミルで乾燥顔料を用いたマゼンタ顔料濃縮物
Hockmeyer HCPN 1/16Micro Immersion Millでこの実験を行った。ミルタンクに、約1,420gのKemamide(登録商標)S-180ワックス、約300gのポリエチレンイミン分散剤を入れた。ワックスと分散剤

50

を溶融した後、約 60 分間攪拌を行い、次いで、約 380 g の P i g m e n t R e d 57 : 1 マゼンタ顔料を約 30 分かけて加えた。この顔料を毎分 4, 500 回転で約 1 時間かけて濡らした。イマージョンミルのヘッドには、あらかじめ 0.3 ミリメートルのジルコニア粉碎媒体を取り付けておき、これをタンクに浸し、粉碎を開始した。毎分約 5, 200 回転、約 123 °C で約 6 時間粉碎した後、約 18 重量 % の P i g m e n t R e d 57 : 1 マゼンタ顔料を含み、分散剤と顔料の比率が約 0.8 : 1 である最終濃縮物を取り出し、冷却した。濃縮物中の顔料の Z 平均粒径は、約 122.3 ナノメートルであり、多分散指数は 0.104 であった。

【0047】

実施例 I I I - アトライタで乾燥フラッシュ顔料を用いたマゼンタ顔料濃縮物

10

約 60 重量 % の P R 57 : 1 顔料および約 40 重量 % の K e m a m i d e (登録商標) S - 180 ワックスを含む乾燥フラッシュマゼンタ顔料をフラッシャーで調製した。フラッシャーは、シグマミキサーであってもよい。約 15.1 g の S - 180 ワックスと、約 2.9 g のポリエチレンイミン分散剤をきれいな U n i o n P r o c e s s M o d e l 101 アトライタタンクに入れ、120 °C で約 1 時間かけて溶融させた。毎分約 60 回転で約 5 分間かけて混合を開始し、次いで、乾燥フラッシュ顔料を加えた。この混合物に、毎分約 1 g / 分で約 12 g の乾燥フラッシュ顔料を加えた。乾燥フラッシュ顔料の添加を終了した後、毎分約 60 回転でさらに約 20 分間攪拌を続けた。次いで、混合速度を毎分約 200 回転まで上げ、粉碎プロセスを開始した。毎分約 200 回転、約 120 °C で約 3 時間粉碎した後、約 24 重量 % の P i g m e n t R e d 57 : 1 マゼンタ顔料を含み、分散剤と顔料の比率が約 0.4 : 1 である最終濃縮物を得た。濃縮物中の顔料の Z 平均粒径は、約 133 ナノメートルであり、多分散指数は 0.11 であった。

20

【0048】

ステンレス容器中、この濃縮物を、120 °C で約 90 分間かけて表 2 に列挙した成分と混合することによって、相転移インクを調製した。得られたインクを 5 ミクロン 304 ステンレスフィルタ (325 メッシュ × 2300 メッシュ) を用い、約 120 °C で濾過した。得られたインクは、X e r o x 相転移プリンタで良好な印刷品質を示した。

【0049】

実施例 I V - アトライタで乾燥フラッシュ顔料を用いたマゼンタ顔料濃縮物

30

約 9.6 g の S - 180 ワックスと、約 5.4 g のポリエチレンイミン分散剤を実施例 I I I のきれいなアトライタタンクに入れ、120 °C で約 1 時間かけて溶融させた。毎分約 60 回転で約 5 分間かけて混合を開始し、次いで、実施例 I I I で使用した乾燥フラッシュ顔料を加えた。この混合物に、約 15 g の実施例 I I I で使用した乾燥フラッシュ顔料を約 1 g / 分で加えた。乾燥フラッシュ顔料の添加を終了した後、毎分約 60 回転でさらに約 20 分間攪拌を続けた。次いで、混合速度を毎分約 200 回転まで上げ、粉碎プロセスを開始した。毎分約 200 回転、約 120 °C で約 3 時間粉碎した後、約 30 重量 % の P i m e n t R e d 57 : 1 マゼンタ顔料を含み、分散剤と顔料の比率が約 0.6 : 1 である最終濃縮物を得た。濃縮物中の顔料の Z 平均粒径は、約 125 ナノメートルであり、多分散指数は 0.11 であった。

【0050】

40

ステンレス容器中、この濃縮物を、120 °C で約 90 分間かけて表 2 に列挙した成分と混合することによって、相転移インクを調製した。得られたインクを 5 ミクロン 304 ステンレスフィルタ (325 メッシュ × 2300 メッシュ) を用い、約 120 °C で濾過した。得られたインクは、X e r o x 相転移プリンタで良好な印刷品質を示した。

【0051】

実施例 V - アトライタに乾燥フラッシュ顔料を用いたマゼンタ顔料濃縮物

約 8.1 g のポリエチレンイミン分散剤を実施例 I I I のきれいなアトライタタンクに入れ、120 °C で約 1 時間かけて溶融させた。毎分約 60 回転で約 5 分間かけて混合を開始し、次いで、実施例 I I I で使用した乾燥フラッシュ顔料を加えた。この分散物に、約 22.5 g の乾燥フラッシュ顔料を約 1 g / 分で加えた。乾燥フラッシュ顔料の添加を終

50

了した後、毎分約60回転でさらに約20分間攪拌を続けた。次いで、混合速度を毎分約200回転まで上げ、粉碎プロセスを開始した。毎分約200回転、約120℃で約3時間粉碎した後、約44重量%のPigment Red 57：1マゼンタ顔料を含み、分散剤と顔料の比率が約0.6：1である最終濃縮物を作成した。濃縮物中の顔料のZ平均粒径は、約105ナノメートルであり、多分散指数は0.06であった。

【0052】

ステンレス容器中、この濃縮物を、120℃で約90分間かけて表2に列挙した成分と混合することによって、相転移インクを調製した。得られたインクを5ミクロン304ステンレスフィルタ（325メッシュ×2300メッシュ）を用い、約120℃で濾過した。得られたインクは、Xerox相転移プリンタで良好な印刷品質を示した。

10

【0053】

比較例V Iーアトライタで乾燥フラッシュ顔料を用いたマゼンタ顔料濃縮物

約19.9gのS-180ワックスと、約1.1gのポリエチレンイミン分散剤を実施例I I Iのきれいなアトライタタンクに入れ、120℃で約1時間かけて溶融させた。毎分約60回転で約5分間かけて混合を開始し、次いで、実施例I I Iで使用した乾燥フラッシュ顔料を加えた。この混合物に、9gの乾燥フラッシュ顔料を約1g/分で加えた。乾燥フラッシュ顔料の添加を終了した後、毎分約60回転でさらに約20分間攪拌を続けた。次いで、混合速度を毎分約200回転まで上げ、粉碎プロセスを開始した。毎分約200回転、約120℃で約3時間粉碎した後、約18重量%のPigment Red 57：1マゼンタ顔料を含み、分散剤と顔料の比率が約0.2：1である最終濃縮物を作成した。濃縮物中の顔料のZ平均粒径は、約106ナノメートルであり、多分散指数は0.19であった。

20

【0054】

ステンレス容器中、この濃縮物を、120℃で約90分間かけて表2に列挙した成分と混合することによって、相転移インクを調製した。約120℃で5ミクロン304ステンレスフィルタ（325メッシュ×2300メッシュ）で濾過して得られたインクは、Xerox相転移プリンタで良好な印刷品質を示した。

【0055】

比較例V I Iーアトライタで濡れたフラッシュ顔料を用いたマゼンタ顔料濃縮物

約60重量%のPR57：1顔料と、約40重量%のS-180ワックスを含む濡れたフラッシュマゼンタ顔料をフラッシャーで調製した。濡れたケーキにおいて、湿式フラッシュプロセスを使用する場合、水は、濡れたケーキの50重量%未満含まれる。一実施形態では、フラッシャーは、シグマミキサーであってもよい。約19.9gのS-180ワックスと、約1.1gのポリエチレンイミン分散剤を実施例I I Iのきれいなアトライタタンクに入れ、120℃で約1時間かけて溶融させた。毎分約60回転で約5分間かけて混合を開始し、次いで、濡れたフラッシュ顔料を加えた。この混合物に、約9gの濡れたフラッシュ顔料を約1g/分で加えた。濡れたフラッシュ顔料の添加を終了した後、毎分約60回転でさらに約20分間攪拌を続けた。次いで、混合速度を毎分約200回転まで上げ、粉碎プロセスを開始した。毎分約200回転、約120℃で約3時間粉碎した後、約18重量%のPigment Red 57：1マゼンタ顔料を含み、分散剤と顔料の比率が約0.2：1である最終濃縮物を作成した。これは、比較例V Iの濃縮物と組成が似ている。濃縮物中の顔料のZ平均粒径は、約154ナノメートルであり、多分散指数は0.09であった。

30

40

【0056】

ステンレス容器中、この濃縮物を、120℃で約90分間かけて表2に列挙した成分と混合することによって、相転移インクを調製した。得られたインクを5ミクロン304ステンレスフィルタ（325メッシュ×2300メッシュ）を用い、約120℃で濾過した。比較例V I Iから得られたインクは、Xerox相転移プリンタで悪い印刷品質を示した。実施例V IおよびV I Iを実施例I I I、I VおよびI Vのインクと比較すると、乾燥フラッシュ顔料によって、印刷性能について、濡れたフラッシュ顔料と比較して、かな

50

り優れたインクが得られることがわかる。

【0057】

乾燥フラッシュプロセスを用いた実施形態では、水は、良好なフラッシングと、フラッシング剤（例えば、Kemamide（登録商標）S-180ワックス）への顔料の混合を妨害することがある。さらに、水は、顔料の濡れ（顔料表面で空気または水をフラッシング剤と置き換える）を妨害することもある。

【0058】

本実施形態の乾燥フラッシングプロセスによって、顔料の粒径を小さくする前に顔料および担体／分散剤／相乗剤を単純に混合したものと比較して、顔料の良好な濡れ性を生じる（すなわち、空気を、インク担体、分散剤および／または相乗剤と置き換える）。本実施形態では、濃縮物の生成（すなわち、乾燥フラッシュ顔料と、インク担体、分散剤および／または相乗剤のうち、1つ以上とを混合）によって、顔料の粒径を小さくする。粒径の低下は、乾燥フラッシュ顔料を利用するとき、かなり早い（すなわち、約7日間に対し、約3時間）。フラッシングプロセスによって、顔料の粒径を小さくする前に顔料および担体／分散剤／相乗剤を単純に混合したものよりも、かなり良好に顔料を塗らす。

10

【図1】

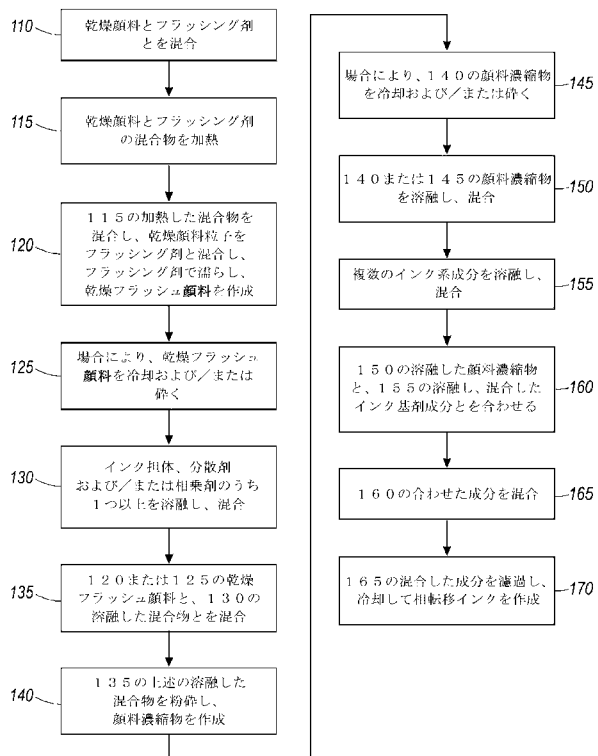


図1

フロントページの続き

(72)発明者 カリーナ・ロペス

カナダ国 オンタリオ州 エル４シー ８イー７ リッチモンドヒル カンターベリー・コート
６０

(72)発明者 サンティアゴ・フォーシェ

カナダ国 オンタリオ州 エル６エイチ ５ダブリュ２ オークビル エルダーウッド・トレイル
２１９

(72)発明者 ビビー・エイブラハム

カナダ国 オンタリオ州 エル５エム ７イー２ ミシサガ ファンテイン・パーク・アベニュー
３３７７

Fターム(参考) 4J037 CB17 EE02 EE28 EE44

4J039 BE01 BE22 CA09