

⑫ **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

④⑤ Veröffentlichungstag der Patentschrift:  
**28.12.88**

⑤① Int. Cl.⁴: **G 03 G 9/08, B 01 J 2/16,**  
**B 02 C 19/06, B 07 B 7/08**

②① Anmeldenummer: **86101877.8**

②② Anmeldetag: **14.02.86**

---

⑤④ **Verfahren zum Erzeugen einer sphärischen Kornform bei Tonern für die Elektrophotographie.**

---

③⑩ Priorität: **23.03.85 DE 3510610**

⑦③ Patentinhaber: **Alpine Aktiengesellschaft,**  
**Peter-Dörfler-Strasse 13-25, D-8900 Augsburg 22 (DE)**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**15.10.86 Patentblatt 86/42**

⑦② Erfinder: **Nied, Roland, Dr.-Ing., Raiffeisenstrasse 10,**  
**D-8901 Bonstetten (DE)**  
Erfinder: **Hackl, Herbert, Dipl.-Ing. (FH), Am Grünland 15,**  
**D-8900 Augsburg (DE)**

④⑤ Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:  
**28.12.88 Patentblatt 88/52**

⑧④ Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH FR GB LI NL SE**

⑤⑥ Entgegenhaltungen:  
**DE-A- 1 937 651**  
**DE-A- 2 729 070**  
**DE-A- 3 022 333**  
**DE-A- 3 248 504**  
**US-A- 3 196 032**

**EP O 197 264 B1**

---

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

## Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Erzeugen einer sphärischen Kornform bei Tonern.

Als Toner bezeichnet man feinkörnige, elektrisch aufladbare Pulver, die in der Elektrophotographie zur Entwicklung latenter Ladungsbilder verwendet werden. Sie bestehen im wesentlichen aus einer Mischung von Natur- und/oder Kunstharzen mit niedrigem Schmelzpunkt und in den Harzen löslichen oder dispergierbaren Farbstoffen, sowie Zusätzen zur Beeinflussung ihrer physikalischen Eigenschaften, z. B. ihres Ladungssinnes, ihrer Haftfähigkeit auf dem Aufzeichnungsmaterial, ihrer Agglomerationsneigung usw. Angestrebt wird ein leichtfliessendes Pulver, das nur eine geringe mechanische Abnutzung der elektrophotographischen Aufzeichnungselemente verursacht, das widerstandsfähig gegen eine Verschlechterung seiner physikalischen Eigenschaften ist und das schnell und vollständig vom Aufzeichnungsmaterial auf ein Bildempfangsmaterial übertragen werden kann. Es hat sich gezeigt, dass diese Forderungen am besten erfüllt werden können, wenn die Toner eine sphärische Kornform besitzen.

Die bekanntesten, zur Herstellung von Tonern angewandten Verfahren, über die beispielsweise die DE-OS 2815093 und die DE-OS 3022333 einen guten Überblick geben, sehen daher auch Verfahrensschritte vor, in denen die bereits auf die gewünschte Korngrösse gebrachten Tonerteilchen eine sphärische Gestalt erhalten. Im einfachsten Fall wird das geschmolzene und mit den übrigen Bestandteilen vermischte Harz unmittelbar aus der Schmelze versprüht, was jedoch nur bei dünnflüssig aufschmelzenden Stoffen möglich ist. Auch ist es bekannt, die Tonermasse in einem (meist organischen) Lösungsmittel mit niedrigem Siedepunkt zu lösen und die Lösung bei einem Druck von 10 bis 50 bar zu versprühen und anschliessend das Lösungsmittel durch Wärmeeinwirkung abzutrennen. Wie im ersten Fall erhält man unmittelbar Tonerteilchen in gewünschter Grösse mit fast idealer Kugelform, jedoch ist dieses Verfahren sehr energieaufwendig und wegen der notwendigen Rückgewinnung des Lösungsmittels schwierig zu handhaben.

In den meisten Fällen wird die nach dem Mischen abgekühlte und vorgebrochene Tonermasse in einer Feinmühle, z. B. einer Kugelmühle, auf die gewünschte Korngrösse zerkleinert, und die Tonerteilchen werden anschliessend einer Wärmebehandlung unterzogen, wobei das als Bindemittel dienende Harz zum Schmelzen gebracht wird, so dass die Tonerteilchen durch die dabei wirksam werdende Oberflächenspannung eine sphärische Gestalt annehmen können. Dies erfolgt entweder dadurch, dass aus den Tonerteilchen und Luft ein Aerosol gebildet wird, welches im Quer- oder Gegenstrom durch einen Heissluftstrom geführt wird (DE-AS 1937651), oder dadurch, dass die Tonerteilchen ein mit Heissluft fluidisiertes Gutbett bilden (DE-OS 2727070). Be-

sonders nachteilig ist dabei, dass die verwendete Heissluft eine Temperatur von etwa 500°C haben muss, was dazu führt, dass sich die Tonerteilchen leicht zu untrennbaren Agglomeraten zusammenkleben, dass sich Schmelzansätze an den Wänden von Apparaten und Leitungen bilden und dass unerwünschte chemische Umformungen bei den Tonerbestandteilen auftreten.

Aufgabe der Erfindung ist es daher, ein Verfahren zum Erzeugen einer sphärischen Kornform bei feinkörnigen Tonern anzugeben, bei dem die Tonerteilchen in fester Form, d. h. unterhalb ihrer Schmelztemperatur bzw. ohne Anwendung von Lösungsmitteln und mit gegenüber den bekannten Verfahren erheblich geringerem Energieaufwand in einem fluidisierten Gutbett behandelt werden können, und das gleichzeitig das Korngrössenband der Tonerteilchen zu feinsten Korngrössen scharf abgrenzt.

Diese Aufgabe wird durch das Verfahren nach Anspruch 1 gelöst. Es hat sich nämlich gezeigt, dass sich Tonerteilchen auch bei Temperaturen unterhalb der Schmelztemperaturen ihrer Bestandteile bleibend plastisch verformen, wenn man sie mit einer bestimmten kinetischen Energie aufeinanderprallen lässt. Durch die beim Zusammenprall frei werdende Energie werden die Tonerteilchen an ihrer Auftreffstelle kurzzeitig plastifiziert, wodurch eine Verformung, aber kein Zusammenkleben, aber auch keine Zerkleinerung erfolgt. Es handelt sich hierbei gewissermassen um einen Schmiedevorgang, wobei das eine zweier aufeinanderprallender Tonerteilchen jeweils als Hammer für das andere anzusehen ist. Da in einem durch gegeneinander gerichtete Gasstrahlen fluidisierten Gutbett dieser Vorgang an einem Tonerteilchen sehr häufig und dabei über seine Oberfläche statistisch verteilt stattfindet, erhält man eine sphärische Kornform, d. h. jedes Tonerteilchen hat schliesslich die Form eines der Kugel stark angenäherten Polyeders.

Der sich dabei eventuell bildende Abrieb sowie die beim vorausgegangenen Zerkleinerungsprozess erzeugten Feinstanteile unter beispielsweise 5 µm, die das Fliessverhalten des fertigen Toners ungünstig beeinflussen würden, werden durch eine anschliessende Fliehkraftsichtung von den verformten Tonerteilchen abgetrennt.

Obwohl das beschriebene Verfahren bereits bei gewöhnlicher Raumtemperatur durchführbar ist, kann es von Vorteil sein, wenn die Tonerteilchen auf eine Temperatur erwärmt werden, die etwas unterhalb der Schmelztemperatur ihrer Bestandteile liegt.

Optimale Ergebnisse werden erreicht, wenn die effektive Temperatur der Tonerteilchen mindestens fünf Kelvin unter der Schmelztemperatur bleibt. Diese Massnahme macht es möglich, die von den Gasstrahlen eingebrachte Energie erheblich zu reduzieren, so dass eine besonders schonende Behandlung der Tonerteilchen erfolgen kann.

Als weiterer Vorteil des erfindungsgemässen Verfahrens hat sich ergeben, dass gleichzeitig mit der Verformung durch die gegenseitige Prall- und

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Reibbeanspruchung auf die Tonerteilchen oberflächenaktive Substanzen aufgebracht werden können, die dabei in die plastisch gewordene Masse der Tonerteilchen eingedrückt werden und nach deren Verfestigung mit ihr verhaftet bleiben. Bei den bekannten Verfahren werden die oberflächenaktiven Substanzen entweder nach einem thermischen Anschmelzen der bereits eine sphärische Form besitzenden Tonerteilchen in die Toner-  
 5  
 10  
 15  
 20  
 25  
 30  
 35  
 40  
 45  
 50  
 55  
 60  
 65  
 70  
 75  
 80  
 85  
 90  
 95  
 100  
 105  
 110  
 115  
 120  
 125  
 130  
 135  
 140  
 145  
 150  
 155  
 160  
 165  
 170  
 175  
 180  
 185  
 190  
 195  
 200  
 205  
 210  
 215  
 220  
 225  
 230  
 235  
 240  
 245  
 250  
 255  
 260  
 265  
 270  
 275  
 280  
 285  
 290  
 295  
 300  
 305  
 310  
 315  
 320  
 325  
 330  
 335  
 340  
 345  
 350  
 355  
 360  
 365  
 370  
 375  
 380  
 385  
 390  
 395  
 400  
 405  
 410  
 415  
 420  
 425  
 430  
 435  
 440  
 445  
 450  
 455  
 460  
 465  
 470  
 475  
 480  
 485  
 490  
 495  
 500  
 505  
 510  
 515  
 520  
 525  
 530  
 535  
 540  
 545  
 550  
 555  
 560  
 565  
 570  
 575  
 580  
 585  
 590  
 595  
 600  
 605  
 610  
 615  
 620  
 625  
 630  
 635  
 640  
 645  
 650  
 655  
 660  
 665  
 670  
 675  
 680  
 685  
 690  
 695  
 700  
 705  
 710  
 715  
 720  
 725  
 730  
 735  
 740  
 745  
 750  
 755  
 760  
 765  
 770  
 775  
 780  
 785  
 790  
 795  
 800  
 805  
 810  
 815  
 820  
 825  
 830  
 835  
 840  
 845  
 850  
 855  
 860  
 865  
 870  
 875  
 880  
 885  
 890  
 895  
 900  
 905  
 910  
 915  
 920  
 925  
 930  
 935  
 940  
 945  
 950  
 955  
 960  
 965  
 970  
 975  
 980  
 985  
 990  
 995

eingebettet, was aber nur mit thermisch unempfindlichen Substanzen möglich ist, oder sie werden in einem Mischvorgang auf die Oberfläche der Tonerteilchen gebracht und dort allein durch Adhäsionskräfte gehalten, so dass sie durch mechanische Einwirkungen beim späteren bestimmungsgemässen Gebrauch des Toners leicht wieder abgerieben werden können und so die Tonerqualität verschlechtern.

Als Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemässen Verfahrens wird eine an sich bekannte Fließbett-Gegenstrahlmühle vorgeschlagen, wie sie beispielsweise in der Zeitschrift «Aufbereitungs-Technik», 1982, Nr. 5, S. 236 – 242 beschrieben worden ist. Eine solche Mühle besteht im wesentlichen aus einer zylindrischen Mahlkammer mit lotrechter Achse, in deren unterem Bereich am Umfang gleichmässig verteilte Düsen zur Einleitung der gegeneinander gerichteten Gasstrahlen einmünden, und in deren oberem Bereich ein Fliehkraftsichter in Form eines entgegen seiner Schleuderrichtung von der Sichtluft von aussen nach innen durchströmtem, rotierenden Korbsichters angeordnet ist. Einziges Betriebsmittel ist hierbei das durch die Düsen eingeleitete Gas, das nicht nur zur Erzeugung der Prall- und Reibbeanspruchung, sondern auch zum Transport des Gutes zum Sichter und dort als Sichtluft dient. Durch Anzahl und Grösse der Düsen, durch die Richtung der Düsenachsen sowie durch Betriebsdruck und Temperatur des den Düsen zugeführten Gases lässt sich die Intensität der gegeneinander gerichteten Gasstrahlen einfach und in weiten Grenzen variieren, so dass eine optimale Einstellung auf das jeweils zu behandelnde Produkt leicht möglich ist. Die Korngrösse, bis zu der aller Feinstanteil abgetrennt werden soll, wird durch Wahl der Drehzahl des Korbsichters bestimmt. Dabei gilt, dass diese Korngrösse umso kleiner wird, je höher die Drehzahl gewählt wird, und umgekehrt.

Die Verfahrensschritte Erzeugen der sphärischen Kornform, Aufbringen oberflächenaktiver Substanzen und Abtrennen des Feinstanteils lassen sich mit einer solchen Fließbett-Gegenstrahlmühle in einem Arbeitsgang durchführen, so dass sich eine sehr einfache Verfahrensführung ergibt.

### Patentansprüche

1. Verfahren zum Erzeugen einer sphärischen Kornform bei feinkörnigen Tonern durch Behandlung der Tonerteilchen in einem fluidisierten Gutbett, dadurch gekennzeichnet, dass die Fluidisie-

5  
 10  
 15  
 20  
 25  
 30  
 35  
 40  
 45  
 50  
 55  
 60  
 65  
 70  
 75  
 80  
 85  
 90  
 95  
 100  
 105  
 110  
 115  
 120  
 125  
 130  
 135  
 140  
 145  
 150  
 155  
 160  
 165  
 170  
 175  
 180  
 185  
 190  
 195  
 200  
 205  
 210  
 215  
 220  
 225  
 230  
 235  
 240  
 245  
 250  
 255  
 260  
 265  
 270  
 275  
 280  
 285  
 290  
 295  
 300  
 305  
 310  
 315  
 320  
 325  
 330  
 335  
 340  
 345  
 350  
 355  
 360  
 365  
 370  
 375  
 380  
 385  
 390  
 395  
 400  
 405  
 410  
 415  
 420  
 425  
 430  
 435  
 440  
 445  
 450  
 455  
 460  
 465  
 470  
 475  
 480  
 485  
 490  
 495  
 500  
 505  
 510  
 515  
 520  
 525  
 530  
 535  
 540  
 545  
 550  
 555  
 560  
 565  
 570  
 575  
 580  
 585  
 590  
 595  
 600  
 605  
 610  
 615  
 620  
 625  
 630  
 635  
 640  
 645  
 650  
 655  
 660  
 665  
 670  
 675  
 680  
 685  
 690  
 695  
 700  
 705  
 710  
 715  
 720  
 725  
 730  
 735  
 740  
 745  
 750  
 755  
 760  
 765  
 770  
 775  
 780  
 785  
 790  
 795  
 800  
 805  
 810  
 815  
 820  
 825  
 830  
 835  
 840  
 845  
 850  
 855  
 860  
 865  
 870  
 875  
 880  
 885  
 890  
 895  
 900  
 905  
 910  
 915  
 920  
 925  
 930  
 935  
 940  
 945  
 950  
 955  
 960  
 965  
 970  
 975  
 980  
 985  
 990  
 995

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Differenz zwischen Schmelztemperatur und effektiver Temperatur der Tonerteilchen mindestens fünf Kelvin beträgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass durch die gegenseitige Prall- und Reibbeanspruchung gleichzeitig oberflächenaktive Substanzen auf die Tonerteilchen aufgebracht werden.

4. Verwendung einer Fließbett-Gegenstrahlmühle in Kombination mit einem oberhalb des Fließbettes angeordneten Fliehkraftwindsichter zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 3.

### Claims

1. A process for the production of a spherical particle shape of fine-grain toners by treating the toner particles in a fluidized bed, characterized in that the fluidization of the bed of toner particles is effected at a temperature lower than the melting temperature of the toner particles by gaseous streams which are directed in opposite directions towards one another, thereby subjecting the individual toner particles to mutual impact and friction stresses, the intensity of which is adjusted by selection of the working pressure, speed, direction, and temperature of the gaseous streams so that the surface of every toner particle is permanently deformed, and that the toner particles are subsequently subjected to a centrifugal air classification, whereby the super-fine portion of the toner resulting from said impact and friction stresses is separated from the deformed toner particles.

2. A process according to claim 1, characterized in that the difference between the melting temperature and the actual temperature of the toner particles amounts to at least five degrees Kelvin.

3. A process according to claim 1 or claim 2, characterized by applying surface-active substances to the toner particles by means of the mutual impact and friction stresses of the toner particles.

4. The use of a fluidized bed-opposed jet mill in combination with a centrifugal air classifier arranged above the fluidized bed for operating any of the processes described in claims 1 to 3.

**Revendications**

1. Procédé permettant de produire des grains sphériques dans le cas de toners fins par traitement des particules en lit fluidisé, caractérisé par le fait que la fluidisation du lit a lieu à une température inférieure à la température de fusion des particules de toner et par jets de gaz opposés. Les différentes particules de toner sont soumises à un impact et à une friction réciproques dont l'intensité se règle par choix de la pression de service, de la vitesse, de la direction et de la température des jets de gaz de manière à ce que la superficie de chaque particule de toner soit formée définitivement et à ce que les particules soient ensuite soumises à une sélection par force centrifuge de

manière à séparer la fraction ultrafine obtenue par abrasion lors de l'impact et de la friction.

2. Procédé suivant spécification 1, caractérisé par le fait que la différence entre la température de fusion et la température effective des particules représente au moins cinq Kelvin.

3. Procédé suivant spécification 1 ou 2, caractérisé par le fait qu'il y a un apport simultané de substances actives en superficie sur les particules de toner par l'effort réciproque d'impact et de friction.

4. Utilisation d'un broyeur à jets d'air opposés et lit fluidisé combiné à un sélecteur à force centrifuge disposé au-dessus du lit fluidisé pour réaliser le procédé suivant une des spécifications 1 à 3.