

(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2004-199039

(P2004-199039A)

(43) 公開日 平成16年7月15日(2004.7.15)

(51) Int. Cl.⁷

G03G 9/097

G03G 15/08

F I

G03G 9/08 346

G03G 15/08 507L

G03G 15/08 507H

テーマコード (参考)

2H005

2H077

審査請求 未請求 請求項の数 14 O L (全 22 頁)

(21) 出願番号 特願2003-393530 (P2003-393530)
 (22) 出願日 平成15年11月25日 (2003.11.25)
 (31) 優先権主張番号 特願2002-355598 (P2002-355598)
 (32) 優先日 平成14年12月6日 (2002.12.6)
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(71) 出願人 000103895
 オリエント化学工業株式会社
 大阪府大阪市旭区新森1丁目7番14号
 (74) 代理人 100088306
 弁理士 小宮 良雄
 (72) 発明者 安松 雅司
 大阪府寝屋川市讀良東町8番1号 オリエ
 ント化学工業株式会社内
 (72) 発明者 黒田 和義
 大阪府寝屋川市讀良東町8番1号 オリエ
 ント化学工業株式会社内
 (72) 発明者 山手 修
 大阪府寝屋川市讀良東町8番1号 オリエ
 ント化学工業株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 荷電制御剤およびそれを含有する静電荷像現像用トナー

(57) 【要約】

【課題】

帯電の立ち上がりが速く、優れた帯電特性を発現させ、鮮明で高解像度の画像を形成させることができ、簡便に製造できる荷電制御剤、およびそれを含有する静電荷像現像用トナーを提供する。

【解決手段】

荷電制御剤は、下記化学式 [I]

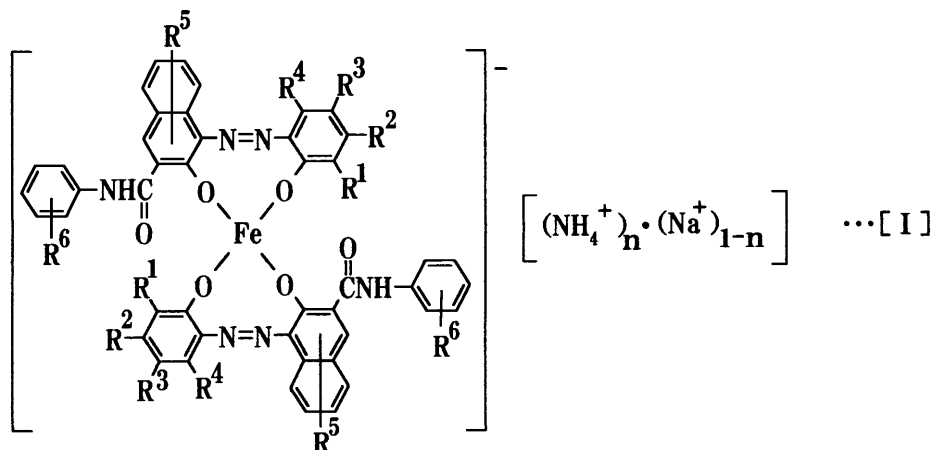
【化 1】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記化学式 [I]

【化 1】



10

(式 [I] 中、 $R^1 \sim R^4$ -は、夫々同一または異なり、水素原子、炭素数 1 ~ 18 で直鎖または分岐鎖のアルキル基、炭素数 2 ~ 18 で直鎖または分岐鎖のアルケニル基、置換基を有していてもよいスルホンアミド基、メシル基、ヒドロキシ基、炭素数 1 ~ 18 のアルコキシ基、アセチルアミノ基、ベンゾイルアミノ基、ハロゲン原子、ニトロ基、置換基を有していてもよいアリール基、 R^5 -は水素原子、炭素数 1 ~ 18 で直鎖または分岐鎖のアルキル基、ヒドロキシ基、炭素数 1 ~ 18 のアルコキシ基、 R^6 -は水素原子、炭素数 1 ~ 18 で直鎖または分岐鎖のアルキル基、ヒドロキシ基、カルボキシル基、ハロゲン原子、炭素数 1 ~ 18 のアルコキシ基、 $n = 0.7 \sim 0.99$ である。)で示されるアゾ系鉄錯塩が含まれた平均粒径 1 ~ 4 μm の凝集粒子であって、該凝集粒子を超音波照射して微粒化した一次粒子結晶の平均粒径が最大でも 3 μm であることを特徴とする荷電制御剤。

20

【請求項 2】

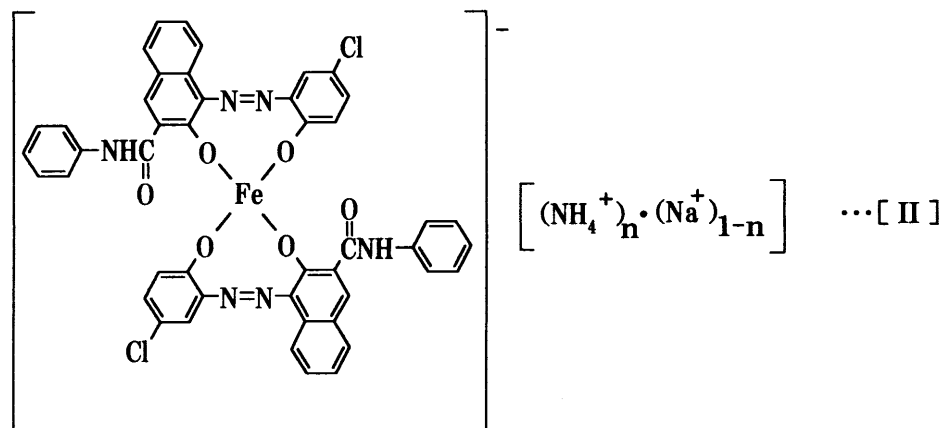
前記式 [I] で示されるアゾ系鉄錯塩は、その一次粒子の粒径が最大でも 4 μm であることを特徴とする請求項 1 に記載の荷電制御剤。

30

【請求項 3】

前記アゾ系鉄錯塩が、下記化学式 [II]

【化 2】



40

(式 [II] 中、 n は前記と同じ)で示される化合物であることを特徴とする請求項 1 に記載の荷電制御剤。

【請求項 4】

50

請求項 1 に記載の荷電制御剤は、揃った略板片状の該凝集粒子であることを特徴とする荷電制御剤。

【請求項 5】

前記一次粒子結晶の平均粒径から得た比表面積が $10 \text{ m}^2 / \text{g}$ 以上であることを特徴とする請求項 1 に記載の荷電制御剤。

【請求項 6】

残存硫酸イオンが、最大 100 ppm であり、且つ残存塩素イオンが、最大 200 ppm であることを特徴とする請求項 1 に記載の荷電制御剤。

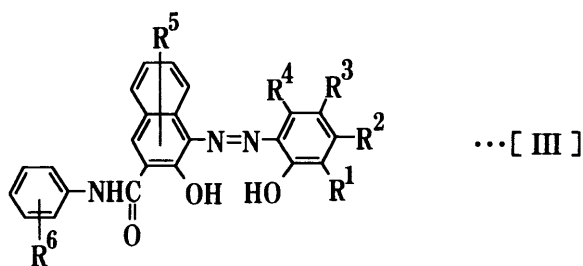
【請求項 7】

ブタノールを $0.01 \sim 1.00$ 重量% 含有していることを特徴とする請求項 1 に記載の荷電制御剤。 10

【請求項 8】

ジアゾ化カップリング反応をして、下記化学式 [III]

【化 3】



20

(式 [III] 中、 $R^1 \sim R^6$ -は、前記と同じ)

で示されるモノアゾ化合物を得る第 1 工程、モノアゾ化合物を鉄化する第 2 工程、対イオンを調製して、前記式 [I] で示される前記アゾ系鉄錯塩を得る第 3 工程、該アゾ系鉄錯塩を濾取し、乾燥する第 4 工程を有する荷電制御剤の製造方法であって、該第 2 工程および/または該第 3 工程を、少なくとも 70 重量% 含まれている水と炭素数 $1 \sim 6$ の低級アルコールとの混合溶媒中で、反応を行うことを特徴とする荷電制御剤の製造方法。

【請求項 9】

前記水と炭素数 $1 \sim 6$ の低級アルコールとの混合溶媒中、この低級アルコールが $0.5 \sim 9.0$ 重量% 含まれていることを特徴とする請求項 8 に記載の荷電制御剤の製造方法。 30

【請求項 10】

前記低級アルコールが、ブタノールであることを特徴とする請求項 8 または 9 に記載の荷電制御剤の製造方法。

【請求項 11】

請求項 8 \sim 10 のいずれかに記載の製造方法で製造された荷電制御剤。

【請求項 12】

請求項 1 \sim 7 および 11 のいずれかに記載の荷電制御剤と、トナー用樹脂とが含有されていることを特徴とする静電荷像現像用トナー。

【請求項 13】

請求項 12 に記載の静電荷像現像用トナーが含まれている現像剤で、静電潜像担持体上の静電潜像を現像する工程とを有することを特徴とする静電写真の画像形成方法。 40

【請求項 14】

最大 $900 \text{ cm} / \text{分}$ の周速度で回転している現像剤担持体上に前記トナーが含まれている現像剤を吸着させて層を形成する工程と、該層中のトナーを前記静電潜像担持体に吸着させてその静電潜像を現像する工程とを有することを特徴とする請求項 13 に記載の静電写真の画像形成方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

50

本発明は、静電荷像現像用トナーや粉体塗料に使用されるアゾ系鉄錯塩が含まれている負帯電性荷電制御剤、およびそれが含有されている静電荷像現像用トナーに関するものである。

【背景技術】

【0002】

複写機、プリンター、ファクシミリ等に利用されている電子写真システムは、摩擦帯電させたトナーにより感光体上に静電潜像を現像し、記録紙上に転写し定着させるものである。

【0003】

トナーの帯電の立ち上がり速度を速めたり、トナーを十分に帯電させその荷電量を適切に制御しつつ安定化して帯電特性を高めたり、静電潜像の現像速度を早めつつ鮮明な画像を形成したりするため、予めトナーに荷電制御剤が添加される。このような荷電制御剤として、例えば特許文献1に記載された負帯電性の金属錯塩が用いられている。

【0004】

【特許文献1】特開昭61-155464号公報

【0005】

近年の複写機やプリンターの解像度向上等の高性能化、電子写真システムでの高速現像のみならず低速現像等の用途の拡大に伴い、トナーの帯電の立ち上がりをより速くし、より優れた帯電特性を発現させ、鮮明で高解像度の画像を形成させることができ、簡便に製造できる荷電制御剤が求められていた。また、構造体表面の電荷に、静電気帯電した粉体塗料を引き付け、焼き付ける静電粉体塗装に使用される粉体塗料にも用いることができる荷電制御剤が、求められていた。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明は、前記課題を解決するためになされたもので、帯電の立ち上がりが速く、優れた帯電特性を発現させ、鮮明で高解像度の画像を形成させることができ、簡便に製造できる荷電制御剤、その製造方法、それを含有する静電荷像現像用トナー、およびこのトナーを用いた画像形成方法を提供することを目的とする。

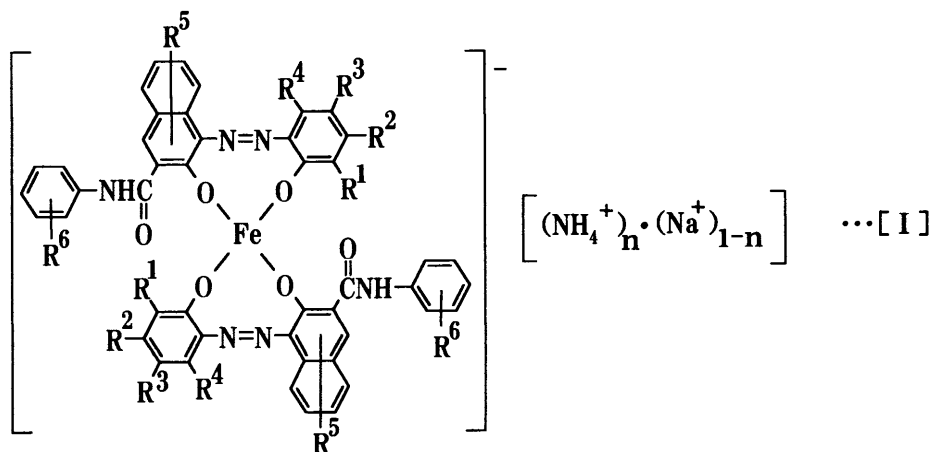
【課題を解決するための手段】

【0007】

前記の目的を達成するためになされた本発明の荷電制御剤は、下記化学式[I]

【0008】

【化1】



【0009】

(式[I]中、 R^1 - R^4 - は、夫々同一または異なり、水素原子、炭素数1~18で直鎖または分岐鎖のアルキル基、炭素数2~18で直鎖または分岐鎖のアルケニル基、置換

10

20

30

40

50

基を有していてもよいスルホンアミド基、メシル基、ヒドロキシ基、炭素数 1 ~ 18 のアルコキシ基、アセチルアミノ基、ベンゾイルアミノ基、ハロゲン原子、ニトロ基、置換基を有していてもよいアリール基、 R^5 - は水素原子、炭素数 1 ~ 18 で直鎖または分岐鎖のアルキル基、ヒドロキシ基、炭素数 1 ~ 18 のアルコキシ基、 R^6 - は水素原子、炭素数 1 ~ 18 で直鎖または分岐鎖のアルキル基、ヒドロキシ基、カルボキシル基、ハロゲン原子、炭素数 1 ~ 18 のアルコキシ基、 $n = 0.7 \sim 0.99$ である。) で示されるアゾ系鉄錯塩が含まれた平均粒径 1 ~ 4 μm の凝集粒子であって、該凝集粒子を超音波照射して微粒化した一次粒子結晶の平均粒径が最大でも 3 μm である。

【0010】

この荷電制御剤は微細であるので、ジェットミルのような強力な粉碎装置を用いて粉碎をする必要がない。平均粒径がこの範囲にある微細な凝集粒子である荷電制御剤とトナー用樹脂とを、例えば熔融混練して得た粒径数 μm の静電荷像現像用トナーは、走査電子顕微鏡で観察したとき、トナー粒子中に荷電制御剤が万遍なく分散している。その結果、トナー粒子は、その表面に多くの荷電制御剤を露出させて、均等で、優れた帯電特性を発現する。荷電制御剤の凝集粒子の平均粒径が 4 μm を超えると、分散性が低下し、トナーの帯電特性が悪くなってしまふ。荷電制御剤は、平均粒径が 1 ~ 3 μm の凝集粒子であると一層好ましい。

10

【0011】

荷電制御剤は、前記式 [I] で示されるアゾ系鉄錯塩の一次粒子の粒径が最大でも 4 μm のものであることが好ましい。

20

【0012】

この荷電制御剤は、極微細な一次粒子の複数個が会合して、平均粒径 1 ~ 4 μm の凝集粒子を形成したものであると推察される。微粒化した一次粒子が前記の範囲より大きいと、前記と同数程度の複数個会合する凝集粒子の荷電制御剤は、平均粒径 4 μm を超えてしまふ。

【0013】

前記の存在比のアンモニウムイオンとナトリウムイオンとの対イオンを有するアゾ系鉄錯塩が含まれた荷電制御剤を用いて調製した静電荷像現像用トナーは、静電潜像を現像する際に低速であっても高速であっても帯電の立ち上がりが速い。さらに十分な荷電量を帯電させることができ、安定して帯電を維持できる。 n がこの範囲から外れると、静電潜像を現像する際に低速なほど帯電の立ち上がりが遅くなり、荷電量が少なくなってしまう。

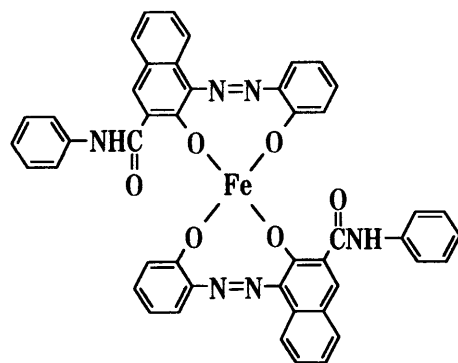
30

【0014】

このアゾ系鉄錯塩のアニオン成分の共通な中心骨格は、下記構造式 [IV]

【0015】

【化 2】



…[IV]

40

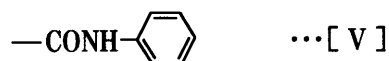
【0016】

に示すとおり、鉄原子を中心金属に有し、モノアゾ化合物 2 モル当量に対し鉄原子の 1 モル当量で金属化した構造を有している。このモノアゾ化合物はナフチル環を有し、このナフチル環は下記の基 [V]、

50

【 0 0 1 7 】

【 化 3 】



【 0 0 1 8 】

で示されるアニリド基で置換されている。このようなアニリド基で置換されたナフチル環を有するモノアゾ化合物、およびそれから誘導されるアゾ系鉄錯塩は、いずれも非油性が高まる。

10

【 0 0 1 9 】

このようなアゾ系鉄錯塩は、固体と固体との反応になり易いため反応し難く、さらに結晶化が難しい。また、トナー樹脂との相溶性が低下するので、結晶の分散が不均一になり易い。そのために、アゾ系鉄錯塩をより微細な粒子にして、均一に分散させることが、荷電制御性に優れた良好な現像特性を有するトナーとするのに、重要である。

【 0 0 2 0 】

以下に、前記式 [I] で示されるアゾ系鉄錯塩を例示する。

【 0 0 2 1 】

置換基 R^1 - ~ R^4 - は、それぞれ、同じであっても異なってもよく、水素原子；炭素数 1 ~ 18 で直鎖または分岐鎖のアルキル基（例えばメチル基、エチル基、プロピル基、*i s o*-プロピル基、*n*-ブチル基、*t e r t*-ブチル基、*n*-ペンチル基、*i s o*-ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基）；炭素数 2 ~ 18 で直鎖または分岐鎖のアルケニル基（例えばビニル基、アリル基、プロペニル基、ブテニル）；置換基を有していてもよく有していなくてもよいスルホンアミド基；メシル基；ヒドロキシ基；炭素数 1 ~ 18 のアルコキシ基（例えばメトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基）；アセチルアミノ基；ベンゾイルアミノ基；ハロゲン原子（例えばフッ素原子、塩素原子、臭素原子）；ニトロ基；フッ素原子や塩素原子や臭素原子のようなハロゲン原子、水酸基、アルキル基、またはアリール基で例示される置換基を有していてもよく有していなくてもよいアリール基（例えばフェニル基、ナフチル基）である。

20

【 0 0 2 2 】

R^5 - は、水素原子；炭素数 1 ~ 18 で直鎖または分岐鎖のアルキル基（例えばメチル基、エチル基、プロピル基、*i s o*-プロピル基、*n*-ブチル基、*t e r t*-ブチル基、*n*-ペンチル基、*i s o*-ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基）；ヒドロキシ基；炭素数 1 ~ 18 のアルコキシ基（例えばメトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基）である。

30

【 0 0 2 3 】

R^6 - は、水素原子；炭素数 1 ~ 18 で直鎖または分岐鎖のアルキル基（例えばメチル基、エチル基、プロピル基、*i s o*-プロピル基、*n*-ブチル基、*t e r t*-ブチル基、*n*-ペンチル基、*i s o*-ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基）；ヒドロキシ基；カルボキシ基；ハロゲン原子；炭素数 1 ~ 18 のアルコキシ基（例えばメトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基）である。

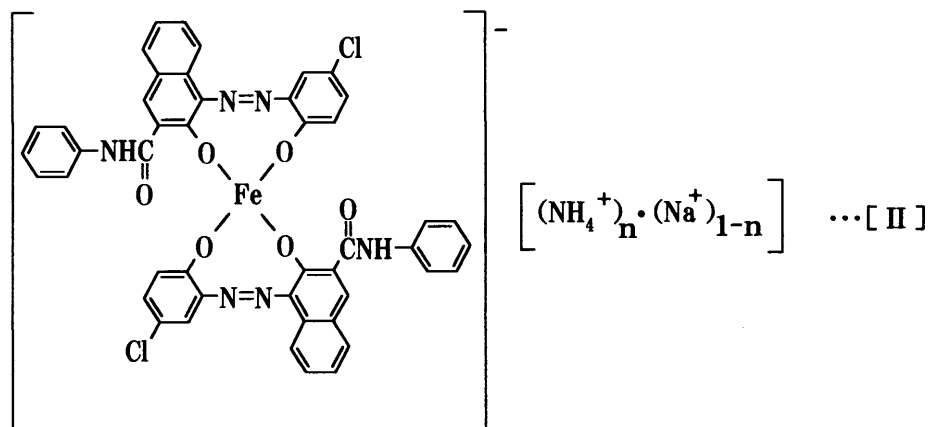
40

【 0 0 2 4 】

式 [I] に示されるアゾ系鉄錯塩は、より具体的な化合物として下記化学式 [II]

【 0 0 2 5 】

【化4】



10

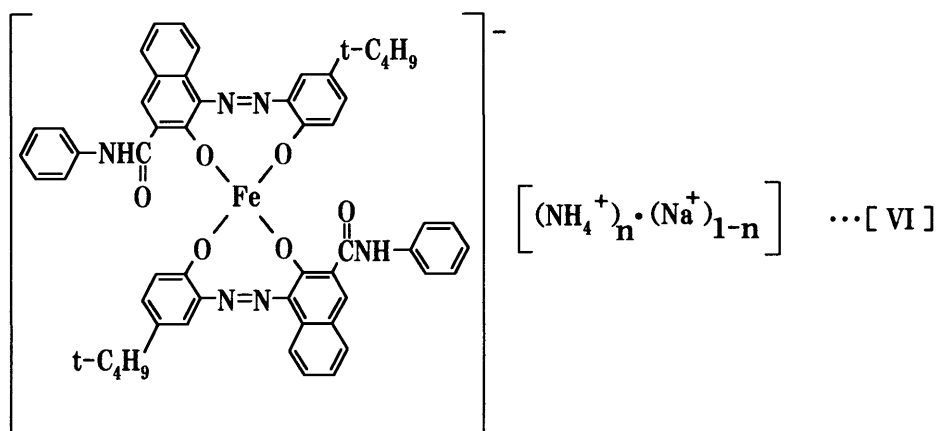
(化学式 [II] 中、 n は前記と同じ) で示される化合物であることが好ましい。

【0026】

式 [I] に示されるアゾ系鉄錯塩は、下記化学式 [VI] ~ [XIII]

【0027】

【化5】



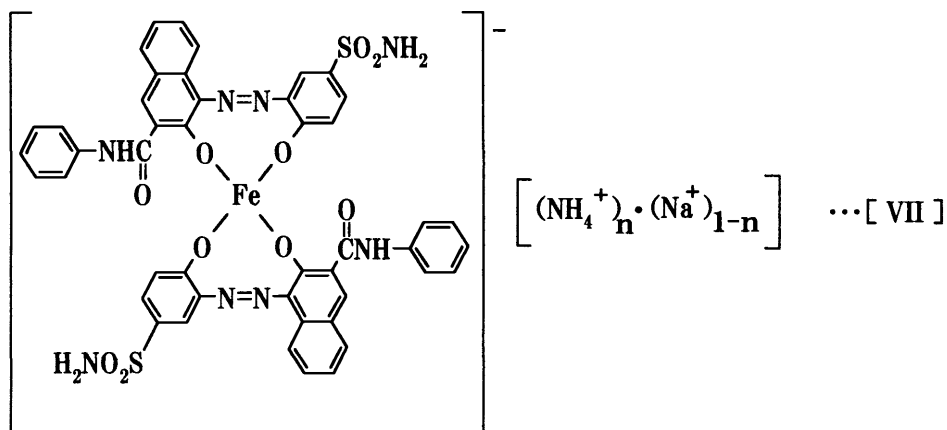
20

30

(化学式 [VI] 中、 $t\text{-C}_4\text{H}_9$ - はターシャリーブチル基)

【0028】

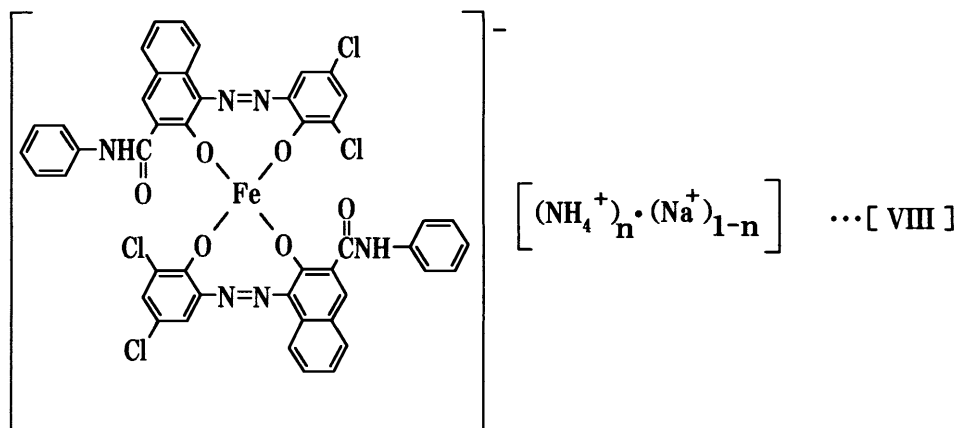
【化6】



40

【0029】

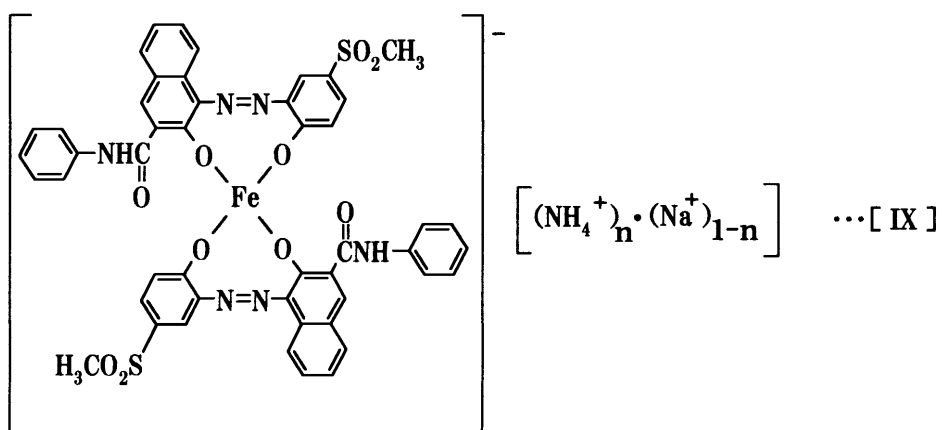
【化7】



10

【0030】

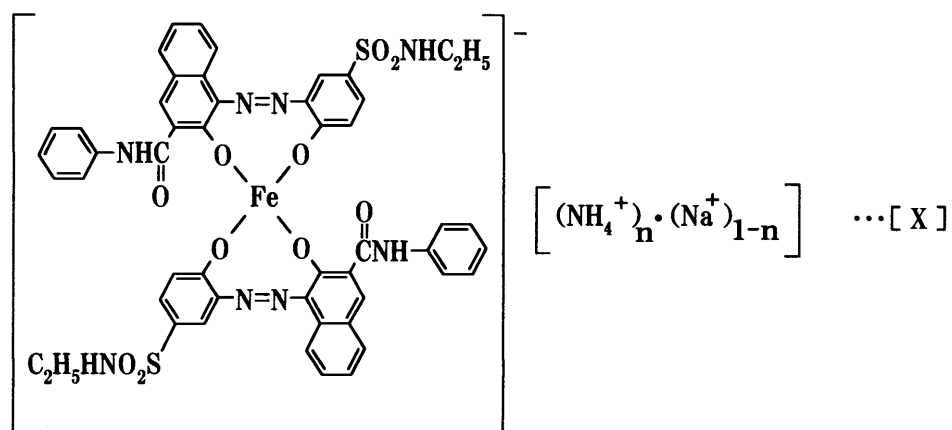
【化8】



20

【0031】

【化9】

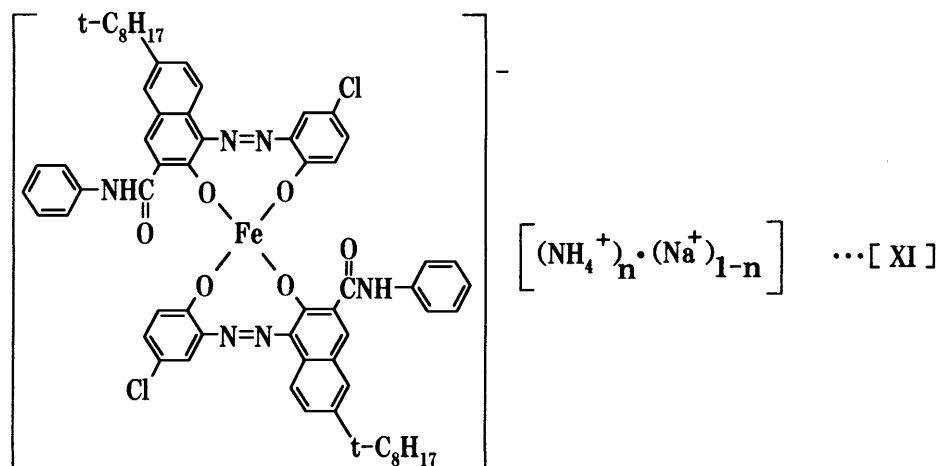


30

40

【0032】

【化10】

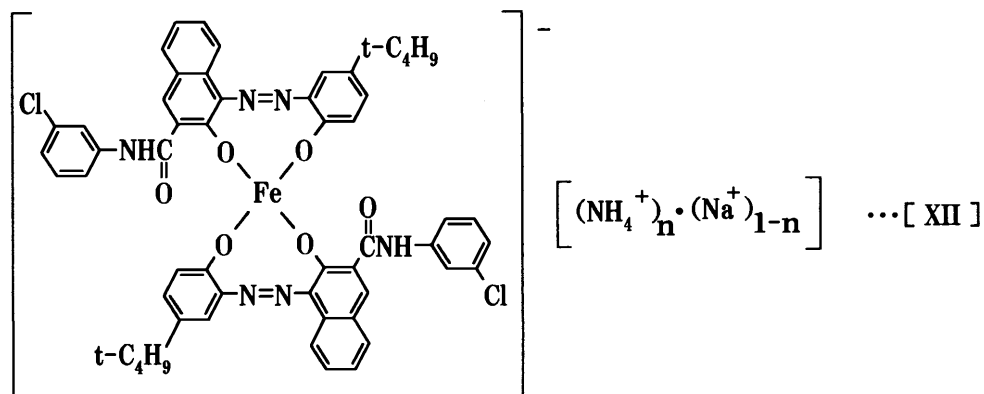


10

(化学式 [XI] 中、 t - C₈ H₁₇ - はターシャリーオクチル基)

【0033】

【化11】

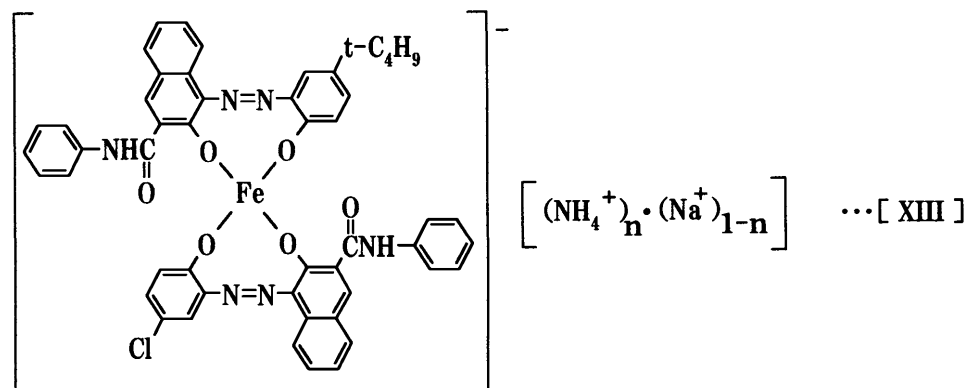


20

30

【0034】

【化12】



40

【0035】

(化学式 [VI] ~ [XIII] 中、 n は前記と同じ) で示される化合物であってもよい。中でも、前記化学式 [II] で示される化合物が特に好ましい。

【0036】

この荷電制御剤を走査電子顕微鏡で拡大すると、前記の大きさであって形状の揃った略板片状の凝集粒子として観察される。この揃った略板片状の凝集粒子は、長さが約 2 ~ 5

50

μm で、幅が約 $0.5 \sim 2.5 \mu\text{m}$ の粒子として観察される。形状の揃った荷電制御剤を含有するトナーは、帯電性が均質となるので、ムラのない鮮明な静電潜像を形成することができる。

【0037】

荷電制御剤の一次粒子結晶の平均粒径と一次粒子の表面積とを検討すると、一次粒子結晶の平均粒径から得た比表面積が $10 \text{ m}^2 / \text{g}$ 以上であることが好ましい。この範囲であると、荷電制御剤の帯電制御性がよくなる結果、高解像の画像が得られる。 $15 \text{ m}^2 / \text{g}$ 以上であると一層好ましい。

【0038】

荷電制御剤は、ブタノールを $0.01 \sim 1.00$ 重量%含有していることが好ましい。ブタノールを用いて反応させることにより、平均粒径が微細な荷電制御剤が得られ、また少量のブタノールを含有する荷電制御剤は凝集が起こりにくいというえ、トナー中に微細に分散する結果優れたトナーが得られるものと推測される。

【0039】

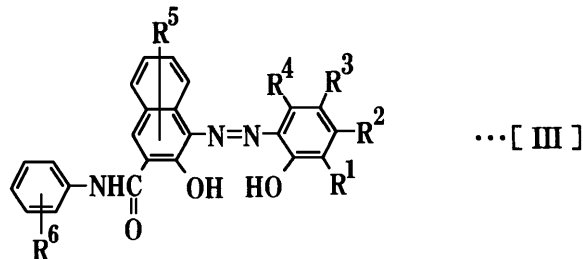
荷電制御剤は、荷電制御剤中の残存硫酸イオンが最大 100 ppm であることが好ましい。更に残存塩素イオンが、最大 200 ppm であることが好ましい。この量は、アゾ系鉄錯塩の残存イオンとして測定したものである。荷電制御剤は、純度が高いほど帯電特性が向上する。

【0040】

本発明の前記化学式[I]で示されるアゾ系鉄錯塩を含んでいる荷電制御剤の製造方法は、ジアゾ化して、下記化学式[III]

【0041】

【化13】



【0042】

(式[III]中、 $R^1 \sim R^6$ は、前記と同じ)

で示されるモノアゾ化合物を得る第1工程、モノアゾ化合物を鉄化する第2工程、対イオンを調製して、前記式[I]で示されるアゾ系鉄錯塩を得る第3工程、該アゾ系鉄錯塩を濾取し、乾燥する第4工程を有する荷電制御剤の製造方法において、該第2工程および/または該第3工程を、水-炭素数 $1 \sim 6$ の低級アルコールの混合溶媒中で行うというものである。この水は、少なくとも 70 重量%含まれていることが好ましい。

【0043】

この製造方法によれば、生成するモノアゾ化合物、およびアゾ系鉄錯塩は結晶化し易い。この製造方法の各工程で、反応物および生成物の結晶の粒径が微細となる。このように微細にコントロールすることが、反応収率、およびアゾ系鉄錯塩が含まれた凝集粒子である荷電制御剤やその一次粒子結晶の粒子を得るために、大きく影響する要因である。この製造方法において、反応を水系で行う場合に、炭素数 $1 \sim 6$ の低級アルコールを添加することにより、高収率に反応が進み、アゾ系鉄錯塩の結晶を微細な粒子に調整することができる。この低級アルコールがブタノールであると一層好ましい。

【0044】

第1工程は、水中、または水-有機溶剤混合溶液中、好ましくは水-炭素数 $1 \sim 6$ の低級アルコール混合溶液中で、常法のジアゾ化カップリング反応をしてモノアゾ化合物を得ることが好ましい。

10

20

30

40

50

【0045】

第2工程は、水中、または水-有機溶剤混合溶液中、好ましくは水-炭素数1~6の低級アルコール混合溶液(水:炭素数1~6の低級アルコールの重量比が、99.9~70:0.1~30の混合溶媒)中で、第1工程で得られたモノアゾ化合物を、硫酸第二鉄、塩化第二鉄、硝酸第二鉄で例示される鉄化剤により鉄化することが好ましい。炭素数1~6の低級アルコールを添加することにより、得られる荷電制御剤の平均粒径を調整できる。第2工程における反応混合液中の水全体に対する炭素数1~6の低級アルコールの存在比は、0.5~9.0重量%、より好ましくは2.0~8.0重量%である。この低級アルコールがブタノールであると一層好ましい。

【0046】

第3工程は、アンモニア水、硝酸アンモニウム、リン酸アンモニウム、塩化アンモニウム、硫酸アンモニウムで例示されるアンモニウム化剤を用い、対イオンを調製するというものである。

【0047】

先ずモノアゾ化合物を鉄化する第2工程の後に、対イオンを調製する第3工程を行ってもよく、この第2工程と、この第3工程とを同時に行ってもよい。また、対イオンの調製の際に、先ず対イオンを全て Na^+ または H^+ とし、その後、前記化学式[Ⅰ]の所望の対イオン比 n となるよう調製してもよい。対イオンの調製は、水系または/および非水系で行うことができるが、水系の方が低コストであり、反応物と生成物とが結晶化し易くなるうえ、これらの結晶の粒径を微細にコントロールすることができる。

【0048】

第1~第3工程のうち複数の工程を連続して同一反応器内で行ってもよく、各工程毎に別々な反応器で行ってもよい。また、各工程で反応液を取り出すことなくワンポットで行ってもよい。各工程で反応ごとに中間生成物を濾取し、中間生成物のウエットケーキを得たり、このウエットケーキを乾燥して乾燥品を得たりして、ウエットケーキや乾燥品を中間体として次の反応に用いてもよい。

【0049】

第1工程後、一度反応液を取り出し濾取し、中間生成物のウエットケーキを得る製造法において重要な点は、生成物であるアゾ系鉄錯塩の対イオンの Na^+ の存在量を、所望の量に調整することである。そのために先ず、第1工程で例えば亜硝酸ナトリウムを用いジ
アゾ化カップリング反応させて得られる反応液、およびモノアゾ化合物中の Na 量の測定をする必要がある。モノアゾ化合物に残存する Na 量を控除して、水酸化ナトリウム量を調整して、第2工程でモノアゾ化合物を分散させた炭素数1~6の低級アルコール-水混合液に加え、更に鉄化剤を加え、鉄化反応することにより、所望の対イオンの存在比のア
ゾ系鉄錯塩を簡便に得ることができる。この反応時の好ましい pH は2~4である。

得られた荷電制御剤は粒径が微細であり、形状が揃っているので、粉碎および分級する必要がなく、簡便に製造でき実用的である。したがって、水酸化ナトリウム量と、炭素数1~6の低級アルコール量と、 pH とが前記の適当な範囲から外れると、荷電制御剤は平均粒径 $4\mu\text{m}$ を超えてしまう。このような荷電制御剤は、攪拌ミルや乳鉢等を用いた弱い力での解砕では平均粒径1~ $4\mu\text{m}$ にすることができないので、ジェットミルのような強力な高速気流下で粉碎しなければならない。

【0050】

第1工程後、反応液を取り出すことなく第2工程を行う場合、炭素数1~6の低級アルコール量が前記の適当な範囲から外れると、荷電制御剤は平均粒径 $4\mu\text{m}$ を超えてしまう。このような荷電制御剤は、攪拌ミルや乳鉢等を用いた弱い力での解砕では平均粒径1~ $4\mu\text{m}$ にすることができないので、ジェットミルのような強力な高速気流下で粉碎しなければならない。

【0051】

得られた荷電制御剤を乾燥すると、静電気等で引き寄せられ1mm~数cm程度の塊状となるが、攪拌ミルのような解砕機や乳鉢により、容易に1~ $4\mu\text{m}$ の凝集粒子へ解砕さ

10

20

30

40

50

れる。この凝集粒子は、粒径が微細であり、形状が揃っているので、軽度の粉碎処理である解砕を施すことによって、十分に安定な品質を示す。

【0052】

荷電制御剤は、この製造方法で製造されていることが好ましい。

【0053】

荷電制御剤は、静電荷像現像用トナーや粉体塗料に含有させるものである。

【0054】

本発明の静電荷像現像用トナーは、前記の荷電制御剤、およびトナー用樹脂が含有されている。トナー用樹脂は、例えばスチレン系樹脂、アクリル系樹脂、エポキシ樹脂、ビニル系樹脂、ポリエステル系樹脂である。着色剤、磁性材料、流動性改善剤、オフセット防止剤が含有されていてもよい。高速機器用のトナーとするために、酸価の高いトナー用樹脂を用いてもよい。酸価値は20～100mg KOH/gであることが好ましい。

10

【0055】

トナーには、例えばトナー用樹脂100重量部に対して、荷電制御剤0.1～10重量部、着色剤0.5～10重量部が含まれている。

【0056】

このトナーを摩擦して負に帯電させて、複写した画像は、鮮明で高品質である。このトナーは、帯電の立ち上がりが速いので、高速複写のみならず、最大周速度600cm/分以下の低速複写の際にも、明瞭な静電潜像を形成して、鮮明で高解像度の画像を形成することができ、コピー特性が優れている。

20

【0057】

この静電荷像現像用トナーにおいては、着色剤として公知の多数の染料、顔料を用いることができる。用い得る着色剤の具体例は次のとおりである。すなわち、キノフタロンイエロー、イソインドリノンイエロー、ペリノンオレンジ、ペリノンレッド、ペリレンマールン、ローダミン6Gレーキ、キナクリドンレッド、アンスアンスロンレッド、ローズベンガル、銅フタロシアニンプルー、銅フタロシアニングリーン、ジケトピロロピロール系の有機顔料；カーボンブラック、チタンホワイト、チタンイエロー、群青、コバルトブルー、ベンガラ、アルミニウム粉、ブロンズ等の無機顔料並びに金属粉などを挙げることができる。また染料や顔料が高級脂肪酸や合成樹脂等で加工されたものが挙げられる。これらは、単独で又は2種以上配合して使用してもよい。

30

【0058】

また、トナーの品質を向上させるために、オフセット防止剤、流動性改良剤（例えば、シリカ、酸化アルミニウム、酸化チタン等の各種金属酸化物、又はフッ化マグネシウム等）、クリーニング助剤（例えば、ステアリン酸等の金属石鹸；フッ素系合成樹脂微粒子、シリコン系合成樹脂微粒子、スチレン-（メタ）アクリル系合成樹脂微粒子等の各種合成樹脂微粒子等）で例示される添加剤を、トナーに内添または外添させてもよい。

【0059】

このトナーは、キャリア粉と混合した後、2成分磁気ブラシ現像法等により現像する際に用いることができる。キャリア粉としては、公知のものが全て使用可能であり特に限定されない。キャリア粉として、具体的には、粒径50～200μm程度のもので、鉄粉、ニッケル粉、フェライト粉、およびガラスビーズ等が挙げられ、またこれらの表面をアクリル酸エステル共重合体、スチレン-アクリル酸エステル共重合体、シリコン樹脂、ポリアミド樹脂、またはフッ化エチレン系樹脂等でコーティングしたものが挙げられる。

40

【0060】

このトナーは、1成分現像剤として用いることができる。そのようなトナーは、上記のようにしてトナーを製造する際に、例えば鉄粉、ニッケル粉、フェライト粉等の強磁性材料製の微粉体を添加分散させたものである。この場合の現像法として、例えば接触現像法、ジャンピング現像法等が挙げられる。

【0061】

このトナーを製造する方法として、例えばいわゆる粉碎方法が挙げられる。この方法は

50

具体的には次のようなものである。樹脂、低軟化点物質からなる離型剤、着色剤、荷電制御剤等を、加圧ニーダー、エクストルーダー、またはメディア分散機を用いて、均一に分散させた後、機械的に粉碎し、またはジェット気流下でターゲットに衝突させて粉碎し、所望のトナー粒径に微粉碎化させ、次いで分級工程を経ることにより粒度分布を狭めてシャープ化すると、所望のトナーが得られる。

【0062】

また、重合トナーを製造する方法は、例えば、次のようなものである。重合性単量体中に離型剤、着色剤、荷電制御剤、重合開始剤その他の添加剤を加え、ホモミキサー、超音波分散機等を用いて、均一に溶解又は分散させた単量体組成物とした後、分散安定剤を含有する水相中で、ホモミキサー等により分散させる。単量体組成物からなる液滴が、所望のトナー粒子のサイズとなった時点で、造粒を停止する。その後、分散安定剤の作用により、その粒径の粒子状態が維持され、また粒子の沈降が防止される程度の緩やかな攪拌を行う。重合反応は、40以上、好ましくは50～90の温度で、行われる。重合反応の後半で昇温してもよい。さらに、未反応の重合性単量体や副生成物等を除去するために、重合反応の後半に、または重合反応終了後に、水系媒体を一部留去してもよい。なお、このような懸濁重合法においては、重合性単量体組成物100重量部に対して水300～3000重量部を分散媒として使用するのが好ましい。重合反応終了後、生成したトナー粒子を洗浄して濾別し、乾燥すると、重合トナーが得られる。

10

【0063】

本発明の画像形成方法は、前記の静電荷像現像用トナーが含まれている現像剤で、静電潜像担持体上の静電潜像を現像する工程を有している。

20

【0064】

この画像形成方法は、例えば、間隙をあけて静電潜像担持体に対峙して配置され最大900cm/分の周速度で回転している現像剤担持体上に、前記トナーが含まれている現像剤を吸着させて層を形成する工程と、該層中のトナーを前記静電潜像担持体に吸着させてその静電潜像を現像する工程とを有しているというものである。

【発明の効果】**【0065】**

以上、詳細に説明したように、本発明の荷電制御剤は、微細で形状が揃っており、ジェットミル等により粉碎する必要がなく、簡便に製造できる。さらに、帯電立ち上がりが速く、荷電量が高い。そのため、低速複写から高速複写に至る幅広い用途の静電荷像現像用トナーに、使用される。また、静電粉体塗装に使用される粉体塗料にも使用できる。荷電制御剤は、有害な重金属を含まず、安全性が高く、環境を汚染しない。

30

【0066】

この荷電制御剤を含有する静電荷像現像用トナーは、帯電の立ち上がりが速い。このトナーは、荷電制御剤がトナー中に均等に分散しており、負電荷に帯電し均一で高い荷電量のまま長時間安定して維持できる。このトナーは、電子写真システムにおいて静電潜像を現像する際に用いられる。この像を転写して記録紙に形成した画像は、安定して鮮明な高解像度であり、カブリがなく綺麗である。

【実施例】

40

【0067】

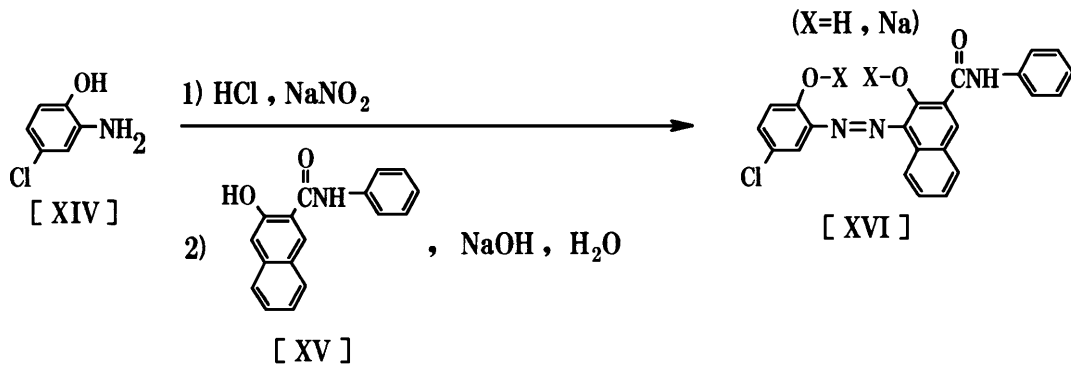
以下、本発明の荷電制御剤、およびそれを含有する静電荷像現像用トナーの実施例を詳細に説明する。

【0068】**(実施例1)**

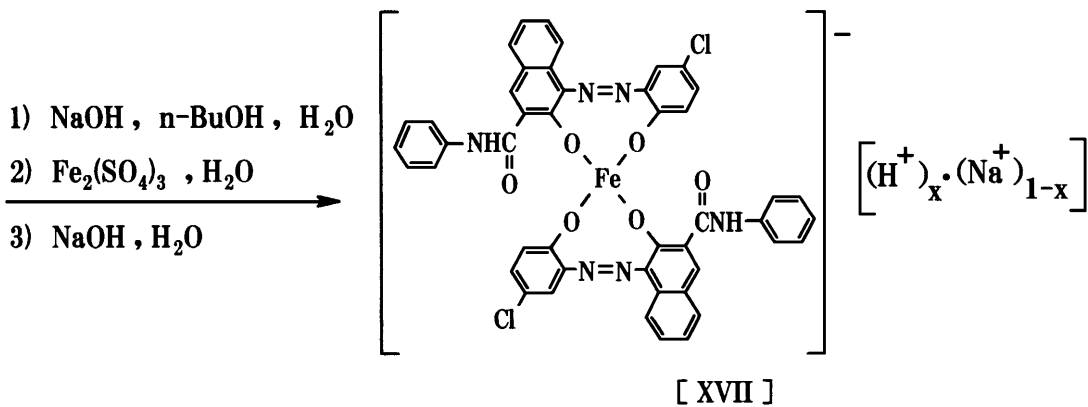
前記化学式[II]で示されるアゾ系鉄錯塩を含む荷電制御剤の製造方法について、この錯塩の合成の一例である下記化学反応式を参照しながら説明する。

【0069】

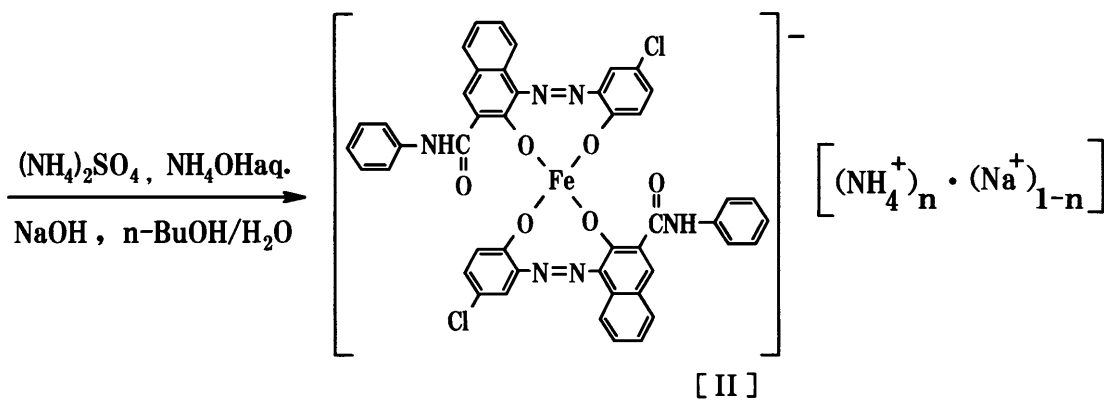
【化 1 4】



10



20



30

40

【0070】

始発物質である 2 - アミノ - 4 - クロロフェノール (化学式 [XIV]) 58.1 g と、濃塩酸 120.0 g とを、水 680.3 g に加え、次いで反応系の外部から氷冷しながら 36% の亜硝酸ナトリウム水溶液 36.3 g を徐々に加え、ジアゾ化してジアゾニウム塩を得た。ナフトール AS (化学式 [XV]) 17.4 g と 20.5% の水酸化ナトリウム水溶液 280 g とを水 800 ml に溶解させた水溶液に前記ジアゾニウム塩溶液を短時間で滴下し、2 時間反応させた。その後、析出したモノアゾ化合物 (化学式 [XVI]) を濾取、水洗し、含水率 78.4% のウェットケーキ 688.4 g を得た。

【0071】

50

このモノアゾ化合物（化学式 [XVI] ）のウエットケーキ一部を乾燥し、Na含有量を原子吸光にて測定したところ 2 . 8 8 % であった。このウエットケーキの固形分に対して、これに残存する Na 量を控除した 2 0 . 5 % の水酸化ナトリウム水溶液 2 5 . 0 g を、このモノアゾ化合物（化学式 [XVI] の化合物）のウエットケーキ 2 8 5 . 4 g を分散させた n - ブタノール - 水（ 9 4 . 3 g : 1 1 8 0 g ）混合液に加え、8 0 まで加熱し、3 0 分攪拌分散させた。次いで 4 1 % の硫酸第二鉄水溶液 3 6 . 0 g を滴下した。その後、9 6 まで加熱し、2 時間加熱還流し、水素イオン含有アゾ系鉄錯塩（化学式 [XVII] ）を合成した。更に加熱還流しディーンスタークを用い水 - n - ブタノール液 1 2 6 . 9 g を除去した。室温まで冷却後、硫酸アンモニウム 1 9 . 4 g 及び 2 5 % アンモニア水 2 0 . 0 g を加え、9 6 で 2 時間加熱還流させ対イオン交換を行った。反応終了後、放冷し沈殿したアゾ系鉄錯塩（化学式 [II] ）を濾取、水洗し、所望の荷電制御剤として、5 7 . 3 g 得た。

10

【 0 0 7 2 】

これを乾燥すると、1 m m ~ 数 c m 程度の塊状となるので、攪拌ミルで解砕したり、乳鉢で搗り潰したりして、粉末にした。

【 0 0 7 3 】

この荷電制御剤について、以下の理化学分析、および物性評価を行った。

【 0 0 7 4 】

（走査電子顕微鏡観察）

走査電子顕微鏡 S 2 3 5 0 （日立製作所社製の商品名）を用い、試料の粒径と形状を観察した。拡大して観察したところ、一次粒径が 1 ~ 4 μ m であり、揃った略板片状であった。

20

【 0 0 7 5 】

（凝集粒子である荷電制御剤の平均粒径の測定）

荷電制御剤約 2 0 m g を、活性剤 スコアロール 1 0 0 （花王社製の商品名）2 m L および水 2 0 m L の溶液に加え混合液とし、粒度分布測定器 LA - 9 1 0 （堀場製作所社製の商品名）内の分散水約 1 2 0 m L に、この混合液の約 1 m L を加え、1 分間超音波振動させた後、粒度分布を測定した。凝集粒子である荷電制御剤の平均粒径は 2 . 2 μ m であった。

【 0 0 7 6 】

（荷電制御剤を微細分散させた一次粒子結晶の平均粒径）

凝集粒子である荷電制御剤約 2 0 m g を、活性剤 スコアロール 1 0 0 （花王社製の商品名）2 m L および水 2 0 m L の溶液に加え混合液とし、1 0 分間超音波振動させたこの混合液の 1 ~ 2 滴を、粒度分布測定器 LA - 9 1 0 （堀場製作所社製の商品名）内の分散水約 1 2 0 m L に加え、更に 1 分間超音波振動させ凝集粒子を一次粒子結晶に微細分散させた後、粒度分布を測定した。このときの粒度分布測定結果が、走査電子顕微鏡による粒径の観察結果と大きく異なる場合、さらに 5 分間超音波振動させ十分に一次粒子結晶に微細分散させてから、再度粒度分布を測定した。荷電制御剤の一次粒子結晶の平均粒径は 1 . 6 μ m であった。

30

【 0 0 7 7 】

（荷電制御剤の比表面積）

比表面積測定器 NOVA - 1 2 0 0 （QUANTACHROME 社製の商品名）を用い、荷電制御剤の比表面積（BET）を測定した。空セル（9 m m - 大）を秤量した後、セルの 4 / 5 程度（約 0 . 2 g ）サンプルを入れた。乾燥室にセルをセットし、1 2 0 にて 1 時間、加熱脱気した。セルを放冷後、秤量し、サンプル重量を算出した後に、分析ステーションに取り付けて測定した。その結果、平均粒径を用いて換算した荷電制御剤の一次粒子結晶の比表面積は、1 5 . 3 m² / g であった。

40

【 0 0 7 8 】

（アンモニウムイオン量およびナトリウムイオン量の測定）

原子吸光測定器 AA - 6 6 0 （島津製作所社製の商品名）と、元素分析測定器 2 4 0 0

50

II CHNS/O (パーキンエルマー社製の商品名)とを用い、荷電制御剤中のNa含有量等を測定した結果、対イオンとしての存在比率は、アンモニウムイオンが97.2mol%であり、ナトリウムイオンが2.8mol%であった。

【0079】

(残存塩素イオン量および残存硫酸イオン量の測定)

イオンクロマト測定器(DIONE X社製の商品名:DX-300)を用い、荷電制御剤に残存する塩素イオン量と硫酸イオン量を測定した。その結果、塩素イオン量は112ppmであった。硫酸イオン量の検出限界は100ppmであるが、硫酸イオン量はこの検出限界以下であった。

【0080】

(有機溶剤含有量の測定)

ガスクロマト測定器SERIES II 5890(HEWLETT PACKARD社製の商品名)を用い、荷電制御剤中の有機溶剤含有量を測定した。その結果、n-ブタノール含有量は、0.22重量%であった。

【0081】

これらの結果を、表1に示す。

【0082】

(実施例2)

実施例1と同様な手順により製造量が異なる別なロットとしてモノアゾ化合物(化学式[XVI])を合成し、濾取、水洗し、含水率73.8%のウエットケーキ1620.4gを得た。

【0083】

このモノアゾ化合物(化学式[XVI])のウエットケーキ一部を乾燥し、Na含有量を原子吸光にて測定したところ1.90%であった。このウエットケーキの固形分に対して、これに残存するNa量を控除した20.5%の水酸化ナトリウム水溶液22.05gを、このモノアゾ化合物(化学式[XVI]の化合物)のウエットケーキ160gを分散させたn-ブタノール-水(22.2g:283.39g)混合液に加え、80℃まで加熱し、30分攪拌分散させた。次いで41%の硫酸第二鉄水溶液24.5gを滴下した。その後、93℃まで加熱し、2時間加熱還流し、水素イオン含有アゾ系鉄錯塩(化学式[XVII])を合成した。更に加熱還流しディーンスタークを用い水-n-ブタノール液34.3gを除去した。室温まで冷却後、硫酸アンモニウム3.32g及び25%アンモニア水13.65gを加え、96℃で2時間加熱還流させ対イオン交換を行った。反応終了後、放冷し沈殿したアゾ系鉄錯塩(化学式[II])を濾取、水洗し、所望の荷電制御剤として、38.7g得た。

【0084】

これを乾燥すると、1mm~数cm程度の塊状となるので、攪拌ミルで解砕したり、乳鉢で搗り潰したりして、粉末にした。

【0085】

この荷電制御剤について、実施例1と同様にして、理化学分析、および物性評価を行った。走査電子顕微鏡で観察したところ、一次粒径が1~4μmの範囲にあり、揃った略板片状であった。凝集粒子である荷電制御剤の平均粒径は、3.5μmであった。荷電制御剤を微細分散させた一次粒子結晶の平均粒径は、1.8μmであった。実施例2の荷電制御剤について、理化学分析および物性評価を行った結果を、まとめて表1に示す。

【0086】

(実施例3)

実施例1の合成方法と同様にして、モノアゾ化合物(化学式[XVI])を合成した。析出したモノアゾ化合物を濾取、水洗し、実施例1とは含水率が異なる別なロットのウエットケーキ(液体クロマトグラフィーによる純度99.00%、含水率68.45%)を得た。このウエットケーキ一部を乾燥し、Na含有量を原子吸光にて測定したところ4.26%であった。このウエットケーキの固形分に対して、これに残存するNa量を控除した

10

20

30

40

50

20.5%の水酸化ナトリウム水溶液7.1gを、このモノアゾ化合物のウエットケーキ70.0gを分散させた1-ペンタノール-水(11.53g:424.27g)混合液に加え、80℃まで加熱し、30分攪拌分散させた。次いで41%の硫酸第二鉄水溶液12.76gを滴下した。この時の反応液のpHは、2.7であった。その後、97℃まで加熱し、3時間加熱還流し、アゾ系鉄錯塩を合成した。沈殿したこのアゾ系鉄錯塩を濾取、水洗し、含水率60.3%のウエットケーキ53.4gを得た。

次いでこのウエットケーキを水151gに分散させ、硫酸アンモニウム1.5gおよび25%アンモニア水6.1g、n-ブタノール5.5gを加え、97℃で2時間加熱還流させ対イオン交換を行った。析出したアゾ系鉄錯塩を濾取、水洗し、乾燥し所望の荷電制御剤として、19.5g得た。

10

【0087】

この荷電制御剤について、実施例1と同様にして、理化学分析、および物性評価を行った。凝集粒子である荷電制御剤の平均粒径は、4.0μmであった。荷電制御剤を微細分散させた一次粒子結晶の平均粒径は、2.1μmであった。実施例3の荷電制御剤について、理化学分析および物性評価を行った結果を、まとめて表1に示す。

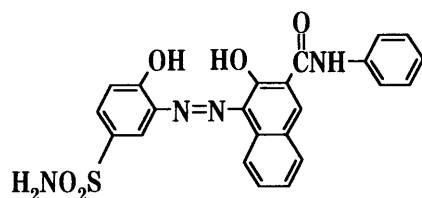
【0088】

(実施例4)

実施例1の2-アミノ-4-クロロフェノール(化学式[XIV])を2-アミノ-4-スルホン体に変えた以外は実施例1と同様にして、下記モノアゾ化合物[XVIII]

【0089】

【化15】



...[XVIII]

20

【0090】

を合成した。析出したモノアゾ化合物を濾取、水洗し、ウエットケーキ(液体クロマトグラフィーによる純度97.04%、含水率58.3%)を得た。このモノアゾ化合物のウエットケーキ少量を乾燥し、Na含有量を原子吸光にて測定したところ4.20%であった。このウエットケーキの固形分に対して、これに残存するNa量を控除した20.5%の水酸化ナトリウム水溶液9.37g(0.048mol)を、このモノアゾ化合物のウエットケーキ57.00g(0.050mol)を分散させたn-ブタノール-水(24.24g:409.02g)混合液に加え、80℃まで加熱し、30分攪拌分散させた。次いで41%の硫酸第二鉄水溶液12.24g(0.013mol)を滴下した。この時の反応液のpHは、3.83であった。その後、97℃まで加熱し、3時間加熱還流し、アゾ系鉄錯塩を合成した。沈殿したこのアゾ系鉄錯塩を濾取、水洗し、含水率56.3%のウエットケーキ50.05gを得た。

30

40

次いでこのウエットケーキを水161gに分散させ、硫酸アンモニウム1.6gおよび25%アンモニア水6.3g、ブタノール5.7gを加え、97℃で2時間加熱還流させ対イオン交換を行った。析出したアゾ系鉄錯塩を濾取、水洗し、乾燥し所望の荷電制御剤(式[VII]のアゾ系鉄錯塩)として、21.1g得た。

【0091】

この荷電制御剤について、実施例1と同様にして、理化学分析、および物性評価を行った。走査電子顕微鏡で観察したところ、一次粒径が1~4μmの範囲にあり、揃った略板片状であった。凝集粒子である荷電制御剤の平均粒径は、3.9μmであった。荷電制御剤を微細分散させた一次粒子結晶の平均粒径は、1.7μmであった。実施例4の荷電制御剤について、理化学分析および物性評価を行った結果を、まとめて表1に示す。

50

【0092】

(実施例5)

出発物質である2-アミノ-4-クロロフェノール(化学式[XIV])16.2gと、濃塩酸26.1gとを、124.0gの水に加え、次いで反応系の外部から氷冷しながら36%の亜硝酸ナトリウム水溶液21.7gを徐々に加え、ジアゾ化してジアゾニウム塩を得た。ナフトールAS(化学式[XV])25.0gと20.5%の水酸化ナトリウム水溶液55.9gとを水186gに溶解させた水溶液に前記ジアゾニウム塩溶液を短時間で滴下し、2時間反応させた。その後、析出したモノアゾ化合物(化学式[XVI])の反応液にブタノール12.00g及び20.5%の水酸化ナトリウム水溶液18.2g、41%の硫酸第二鉄水溶液22.7gを加え、97℃まで加熱し、2時間加熱還流し、アゾ系鉄錯塩(化学式[XVII])を合成した。その後、析出したアゾ系鉄錯塩化合物(化学式[XVII])を濾取、水洗し、含水率55.1%のウェットケーキ86.63gを得た。

10

次いでこのウェットケーキを水282gに分散させ、硫酸アンモニウム3.00gおよび25%アンモニア水11.0g、ブタノール9.9gを加え、97℃で2時間加熱還流させ対イオン交換を行った。析出したアゾ系鉄錯塩化合物(化学式[II])を濾取、水洗し、乾燥し34.9gを得た。

【0093】

この荷電制御剤について、実施例1と同様にして、理化学分析、および物性評価を行った。凝集粒子である荷電制御剤の平均粒径は、3.9 μm であった。荷電制御剤を微細分散させた一次粒子結晶の平均粒径は、2.0 μm であった。実施例5の荷電制御剤について、理化学分析および物性評価を行った結果を、まとめて表1に示す。

20

【0094】

(比較例1)

実施例1と同様にして得た中間物であるモノアゾ化合物(化学式[XVI])のウェットケーキの固形分に対してこれに残存するNa量を控除して、このモノアゾ化合物(化学式[XVI])のウェットケーキ285.4gを分散させた水1180gに、20.5%の水酸化ナトリウム水溶液25.0gを加え、80℃まで加熱し、30分攪拌分散させた。次いで41%の硫酸第二鉄水溶液36.0gを滴下した。その後、85℃まで加熱し、2時間加熱還流し、反応を行った。得られるアゾ系鉄錯塩(化学式[XVII])の反応率は19.3%であった。得られた結晶形を観察すると、不均一で固まりであった。

30

【0095】

この荷電制御剤について、実施例1と同様にして、凝集粒子の平均粒径を測定したところ22.4 μm であった。走査電子顕微鏡で粒径と形状を観察したところ、粒径が最大40 μm であった。比較例1の荷電制御剤について、理化学分析および物性評価を行った結果を、まとめて表1に示す。

【0096】

【表 1】

表 1

評価項目		実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	比較例 1
平均粒径 (μm)	凝集粒子	2.2	3.5	4.0	3.9	3.9	22.4
	一次粒子	1.6	1.8	2.1	1.7	2.0	14.8
対イオンとしての 存在モル比率 (%)	Na^+	2.8	7.5	15.8	26.8	21.7	100
	NH_4^+	97.2	92.5	84.2	73.2	78.3	0
残存塩素イオン量 (ppm)		112	検出限界 以下	147	検出限界 以下	検出限界 以下	115
残存硫酸イオン量 (ppm)		検出限界 以下	検出限界 以下	検出限界 以下	検出限界 以下	検出限界 以下	2070

10

20

【0097】

次に、本発明の荷電制御剤を用いた静電荷像現像用トナーを試作した例について説明する。

【0098】

(実施例 6)

実施例 1 で得られた荷電制御剤の 1 重量部、

スチレン-アクリル共重合樹脂 CPR-600B (三井化学社製の商品名) の 100 重量部、

カーボンブラック MA-100 (三菱化学社製の商品名) の 6 重量部、

低重合ポリプロピレン ビスコール 550P (三洋化成社製の商品名) の 2 重量部

を予備混合しプレミックスを調製した。このプレミックスを加熱ロールで熔融混練し、この混練物を冷却した後、超遠心粉碎器で粗粉碎した。得られた粗粉碎品を、分級器付きのエアージェットミルにより微粉碎すると、粒径 5 ~ 15 μm の黒色トナーが得られた。

30

【0099】

このトナー 5 重量部と、鉄粉キャリア TEFV200/300 (パウダーテック社製の商品名) 95 部とを、3つのドラム内に装填した。現像ローラーの周速度を各々 (A) 1200 cm/分、(B) 900 cm/分、(C) 600 cm/分で回転させ、経時的なトナーの摩擦荷電量について、ブローオフ帯電量測定器 TB-200 (東芝ケミカル社製の商品名) を使用したブローオフ法により測定した。その結果を図 1 の (A) ~ (C) に示す。

40

【0100】

(実施例 7)

実施例 1 で得られた荷電制御剤を実施例 4 で得られた荷電制御剤に変えた他は実施例 6 と同様の方法で黒色トナーを作成し、摩擦荷電量についてブローオフ法により測定した。結果を図 2 の (A) ~ (C) に示す。

【0101】

(実施例 8)

イオン交換水 710 重量部に、0.1 モル/L 濃度の Na_3PO_4 水溶液 450 重量部を投入し、60 に加熱後、TK 式ホモミキサー (特殊機化工業社製) にて 5000 rpm

50

mで攪拌しつつ1.0モル/L濃度のCaCl₂水溶液68重量部を徐々に加え、Ca(PO₄)₂の分散水液を得た。

一方、スチレン単量体170重量部、カーボン25重量部、分散液4重量部、実施例1にて得られたアゾ系鉄錯塩(化学式[11])9重量部をダイノーミルECM-PILOT(シンマルエンタープライゼス社製)に添加し、0.8mmのジルコニアビーズを用いて攪拌羽根で周速10m/secにて3時間分散を行い分散溶液を得た。次に、得られた分散液を60で保ちつつ2,2-アゾビス(2,4-ジメチルバレロニトリル)10重量部を添加し重合性単量体組成物を調製した。

上記重合性単量体組成物をCa(PO₄)₂分散水液に投入し10000rpmで15分間攪拌造粒し、その後、攪拌羽根で攪拌しながら80にて10時間重合を行った。反応終了後、減圧下、残存モノマーを留去し、冷却後、塩酸を加えCa(PO₄)₂を溶解させ、ろ過、水洗、乾燥し、黒色トナーを得た。

得られた黒色トナー5重量部に対しフェライトキャリア95重量部を混合し現像剤とした。この現像剤を用い温度26~29、湿度55~63%の環境下で画像形成試験を行った。5000枚画像を形成する耐久試験においても、初期と耐久試験後の画像濃度に変化が無く、中抜けもない高画質画像が得られた。

【0102】

(比較例2)

比較例1の荷電制御剤を用いたこと以外は、実施例6と同様に試作した比較例のトナーについても、同じようにして摩擦荷電量を測定した。その結果を図1及び2の(A)~(C)に示す。

【0103】

図1および図2から明らかなおり、実施例のトナーは、高速回転であるか低速回転であるかに係わらず、帯電の立ち上がりが速く、さらに荷電量が高かった。

【図面の簡単な説明】

【0104】

【図1】本発明を適用する静電荷像現像用トナーを用い、回転数毎における摩擦荷電量と回転時間との相関関係を示す図である。

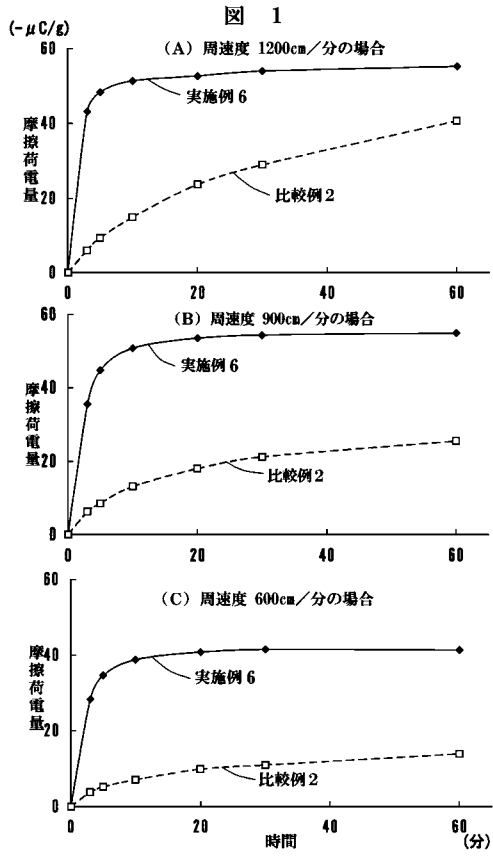
【図2】本発明を適用する別な静電荷像現像用トナーを用い、回転数毎における摩擦荷電量と回転時間との相関関係を示す図である。

10

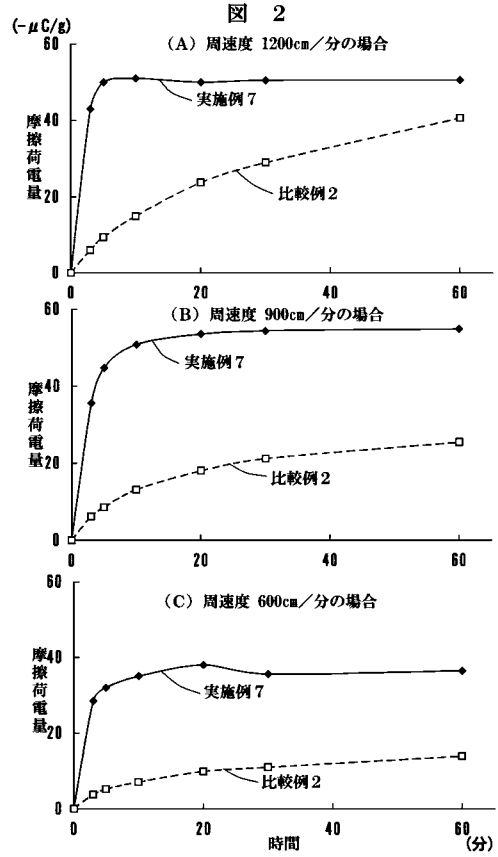
20

30

【 図 1 】



【 図 2 】



フロントページの続き

(72)発明者 佐藤 香織

大阪府寝屋川市讃良東町 8 番 1 号 オリエント化学工業株式会社内

(72)発明者 日方 淳

大阪府寝屋川市讃良東町 8 番 1 号 オリエント化学工業株式会社内

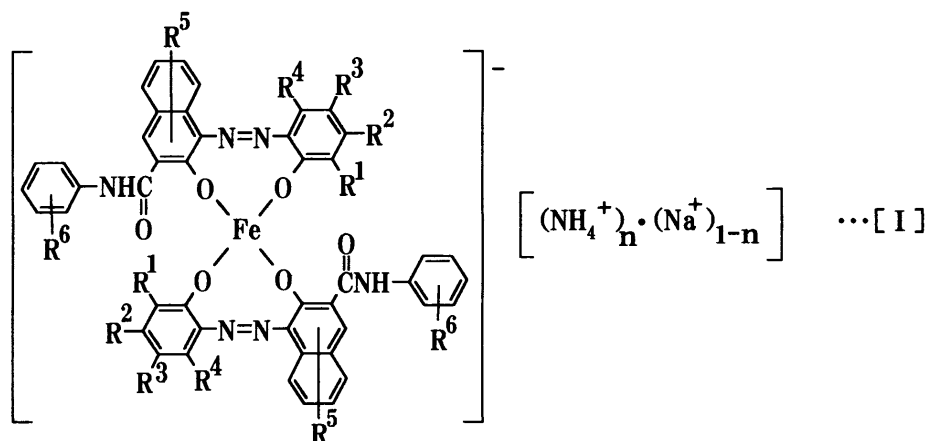
(72)発明者 油科 平八

大阪府寝屋川市讃良東町 8 番 1 号 オリエント化学工業株式会社内

Fターム(参考) 2H005 AA06 AB02 CA22 DA02 EA05 EA10

2H077 AD06 BA01 DB14 EA03 EA13

【要約の続き】



(式 [I] 中、 $R^1 \sim R^4$ -は水素原子、アルキル基、アルケニル基、スルホンアミド基、メシル基、ヒドロキシ基、アルコキシ基、アセチルアミノ基、ベンゾイルアミノ基、ハロゲン原子、ニトロ基、アリール基； R^5 -は水素原子、アルキル基、ヒドロキシ基、アルコキシ基； R^6 -は水素原子、アルキル基、ヒドロキシ基、カルボキシル基、ハロゲン原子、アルコキシ基； $n = 0.70 \sim 0.99$) で示されるアゾ系鉄錯塩が含まれている凝集粒子であって、該凝集粒子を超音波照射して微粒化した一次粒子結晶の平均粒径が最大でも $3 \mu m$ である。静電荷像現像用トナーは荷電制御剤とトナー用樹脂とが含有されている。

【選択図】 なし。