

(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2005-148685

(P2005-148685A)

(43) 公開日 平成17年6月9日(2005.6.9)

(51) Int.Cl.⁷

G03G 9/087

G03G 9/08

F I

G03G 9/08 381

G03G 9/08

G03G 9/08 374

テーマコード (参考)

2H005

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 22 頁)

(21) 出願番号 特願2003-390310 (P2003-390310)

(22) 出願日 平成15年11月20日 (2003.11.20)

(71) 出願人 000002369

セイコーエプソン株式会社

東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

(74) 代理人 100095120

弁理士 内田 亘彦

(74) 代理人 100088041

弁理士 阿部 龍吉

(74) 代理人 100092495

弁理士 蛭川 昌信

(74) 代理人 100095980

弁理士 菅井 英雄

(74) 代理人 100094787

弁理士 青木 健二

(74) 代理人 100097777

弁理士 荏澤 弘

最終頁に続く

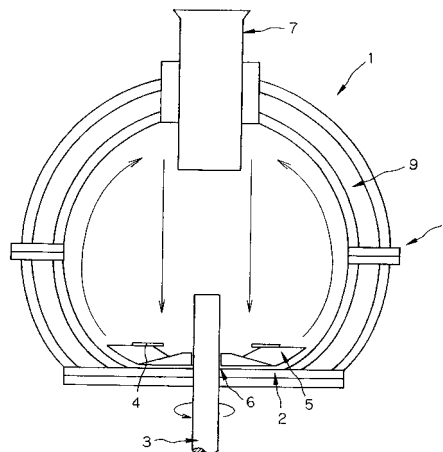
(54) 【発明の名称】 トナーの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 本発明は、トナー母粒子に外添剤粒子を球形の混合処理槽を使用して混合処理するトナーの製造方法において、収率（回収重量）を高くできると共に遊離外添剤量や正帯電トナー量が少なく、帯電量分布の狭いトナーの製造方法の提供を課題とする。

【解決手段】 本発明のトナーの製造方法は、少なくとも着色剤を含む球形状樹脂粒子に外添剤粒子を球形の混合処理槽を使用して混合処理するトナーの製造方法において、処理槽内壁面の表面粗さ（R_y）が0.05 μm以上で、かつ、前記球形状樹脂粒子の個数基準での粒度分布の小粒径側からの累計が10%となる粒径の1/5の値以下とすることを特徴とする。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも着色剤を含む球形状樹脂粒子に外添剤粒子を球形の混合処理槽を使用して混合処理するトナーの製造方法において、該球形の混合処理槽が、水平状の槽底と、該水平円板状の槽底の中心を垂直に貫く駆動軸に攪拌羽根が取付けられ、該攪拌羽根により被処理物が槽底外周から処理槽内壁に沿って上向きに放出されると共に放出された被処理物が攪拌羽根に再供給される構造を有するものであって、該処理槽内壁面の表面粗さ (R_y) が $0.05\text{ }\mu\text{m}$ 以上で、かつ、前記球形状樹脂粒子の個数基準での粒度分布の小粒径側からの累計が 10% となる粒径 $\{D_{10}(\text{pop})、\mu\text{m}\}$ の $1/5$ の値以下とすることを特徴とするトナーの製造方法。

10

【請求項 2】

球形状樹脂粒子の個数基準での粒度分布の小粒径側からの累計が 50% となる粒径 $\{D_{50}(\text{pop})\}$ が $3\sim 10\text{ }\mu\text{m}$ であり、かつ、形状係数 ($ML2/A$) が $1.05\sim 1.40$ 、形状係数 ($PM2/A$) が $1.05\sim 1.30$ であり、かつ、そのフロー軟化点 ($Tf1/2$) が $100\sim 130^\circ\text{C}$ であることを特徴とする請求項 1 記載のトナーの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、電子写真法、静電記録、静電印刷等に使用されるトナーの製造方法に関する。

20

【背景技術】

【0002】

電子写真法は、例えば静電潜像が形成されている感光体等の像担持体に電子写真用トナーが一旦付着された後、転写工程において中間転写媒体を介するか、または介さないで転写紙等に転写され、定着工程において紙面に熱圧定着されるものである。このような電子写真用トナーとしては重合法トナーと粉碎法トナーが知られ、重合法トナーとしては、例えば重合性単量体中に離型剤、着色剤、荷電制御剤、重合開始剤等を添加し、分散機を使用して均一に溶解、または分散させて得られる重合性単量体組成物を分散安定剤を含有する水相中に投入し、分散させ、重合させてトナー母粒子とされ、また、粉碎法トナーとしては、例えば結着樹脂中に離型剤、着色剤、荷電制御剤等を分散させた後、微粉碎手段によりトナーサイズに粉碎、分級してトナー母粒子とされるものであり、得られたそれぞれのトナー母粒子には、流動性向上や帯電性安定を目的として外添剤粒子が混合処理されて電子写真用トナーとされる。また、電子写真用トナーとしては、現像方式により一成分磁性トナーまたは一成分非磁性トナーがあり、また、トナー粒子およびキャリア粒子からなる二成分トナーがある。

30

【0003】

このようなトナーの製造におけるトナー母粒子と外添剤との混合処理に際しては、混合処理槽としてヘンシェルミキサーが多用されている。ヘンシェルミキサーは、図 3 に示されるように混合処理槽 1 を円筒型とし、混合槽の底部に高速で回転する攪拌羽根を有するものであり、槽底で高速回転する下羽根 5 により発生する遠心力で被処理物を槽壁まで移動させ、円筒の垂直な槽壁を上昇させるものであり、被処理物は遠心力による上昇力の影響が衰えたところで重力により、被処理物自身の堆積により形成される傾斜面を滑り落ち、再度、高速回転する羽根により遠心力が与えられて上昇するという上下運動を繰り返すことにより混合が促進される。また、羽根を上下 2 段構造とし、被処理物自身の堆積による傾斜面を滑り落ちる途中で上羽根 10 を回転させて被処理物を攪拌させて分散を促進させる。このような混合処理槽においては円筒形状の混合処理槽の立ち上がり部分で急激に被処理物の移動方向が変更するためにその運動量の変化による熱の発生が伴い、混合条件によっては被処理物が羽根先端や混合処理槽内部で溶着し、収率が低下するといった問題が生じる。

40

50

【0004】

最近、電子写真にあっては、一層の高速化、省エネからトナーの低温定着化が求められ、トナー粒子の低温溶融特性化を目的として結着樹脂中に離型剤粒子を分散させた内部分散型トナーや、また、結着樹脂そのものを低温定着化に適した溶融特性を有するものとしたトナーが開発されている。このような低温定着化を可能とするトナーは、その外添剤粒子との混合処理に際してヘンシェルミキサーを使用すると、被処理物が攪拌羽根や混合処理槽内部で溶着し、収率が低下するといった問題がより顕著となる。また、外添剤粒子はトナー母粒子の表面に均一に分散付着することが望ましいが、ヘンシェルミキサーにあっては、被処理物自身の堆積により形成される傾斜面では被処理物は重力によりそのまま滑り落ちるだけであり、転動することが少なく、粒子同士の同じ部分が接触する結果となりやすく、均一付着という所望の分散付着状態には問題がある。そのため、均一付着させるために混合時間を長くしたり、また、上羽根での攪拌を強いものとしているが収率が低下するという問題は依然として存在する。また、近年、画像の高精細化を目的としてトナーを $3 \sim 10 \mu\text{m}$ の小粒径のものとし、また、転写効率の向上を目的としてトナー形状を球状としたトナー母粒子への外添剤粒子の均一な分散付着を目的として、ヘンシェルミキサーにおける攪拌羽根（下羽根）を直線性の高いものすることが知られている（参考文献1）が、低温定着化を可能とするトナーにおいては上述した問題が依然として残るものである。

10

【0005】

一方、このようなヘンシェルミキサーに代えて、混合処理槽を球形とするものが知られている（特許文献2、特許文献3）。このような球形の混合処理槽においては、槽内面を被処理物が高速で流動する過程でトナー母粒子と外添剤粒子との混合処理が進行するが、トナー母粒子への外添剤粒子の均一付着させるために攪拌羽根の周速を上げると羽根先端や槽壁への溶着が発生し、収率が低下し、また、遊離外添剤量や正帯電トナー量も増え、帯電量分布が広がるという問題がある。特に、トナー母粒子として、転動性に優れる球形状のトナー母粒子を採用しても同様の問題があることか判明した。

20

【特許文献1】特開平9-96923号公報

【特許文献2】特開平8-173783号公報

【特許文献3】特開2002-268277号公報

【発明の開示】

30

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明は、トナー母粒子に外添剤粒子を球形状の混合処理槽を使用して混合処理するトナーの製造方法において、収率（回収重量）を高くできると共に遊離外添剤量や正帯電トナー量が少なく、帯電量分布の狭いトナーの製造方法の提供を課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明のトナーの製造方法は、少なくとも着色剤を含む球形状樹脂粒子に外添剤粒子を球形状の混合処理槽を使用して混合処理するトナーの製造方法において、該球形状の混合処理槽が、水平状の槽底と、該水平円板状の槽底の中心を垂直に貫く駆動軸に攪拌羽根が取付けられ、該攪拌羽根により被処理物が槽底外周から処理槽内壁に沿って上向きに放出されると共に放出された被処理物が攪拌羽根に再供給される構造を有するものであって、該処理槽内壁面の表面粗さ（ R_y ）が $0.05 \mu\text{m}$ 以上で、かつ、前記球形状樹脂粒子の個数基準での粒度分布の小粒径側からの累計が10%となる粒径 $\{\mu\text{m}$ 、以下、単に、 $D_{10}(\text{pop})$ という $\}$ の $1/5$ の値以下とすることを特徴とする。

40

【0008】

上記の球形状樹脂粒子の個数基準での粒度分布の小粒径側からの累計が50%となる粒径 $\{\text{以下、単に、平均粒径 } D_{50}(\text{pop}) \text{ という}\}$ が $3 \sim 10 \mu\text{m}$ であり、かつ、形状係数（ $ML2/A$ ）が $1.05 \sim 1.40$ 、形状係数（ $PM2/A$ ）が $1.05 \sim 1.30$ であり、かつ、そのフロー軟化点（ $Tf_{1/2}$ ）が $100 \sim 130^\circ\text{C}$ であることを特徴

50

とする。

【発明の効果】

【0009】

本発明は、トナー母粒子に外添剤粒子を球形の混合処理槽を使用して混合処理するトナーの製造方法において、外添剤粒子との混合処理に際して収率（回収重量）を高くできると共に遊離外添剤量や正帯電トナー量が少なく、帯電量分布の狭いトナーを製造することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0010】

本発明のトナーの製造方法で使用するトナー母粒子は、少なくとも着色剤を含む球形状樹脂粒子である。球形状樹脂粒子としては、好ましくはその形状係数（ $ML2/A$ ）が1.05～1.40であり、また、形状係数（ $PM2/A$ ）が1.05～1.30である。トナー母粒子の形状係数（ $ML2/A$ ）、形状係数（ $PM2/A$ ）は、分散剤とともに水に分散したトナー母粒子を、光学顕微鏡にて200倍に拡大した3 μm 以上のトナー像を500個無作為にサンプリングし、得られた画像情報をインターフェースを介して、ニコレ社製画像解析装置（Luzex AP）に導入して解析して、実粒子の最長長さ、実粒子の投影画像の周囲長、実粒子の投影面積をそれぞれ求め、下式により算出して得られる値としてそれぞれ定義される。

【0011】

$$ML2/A = (\pi/4) \cdot (\text{実粒子の最長長さ})^2 / (\text{実粒子の投影面積}) \quad 20$$

$$PM2/A = (\text{実粒子の投影画像の周囲長})^2 / (4\pi \cdot \text{実粒子の投影面積})$$

形状係数（ $ML2/A$ ）はトナー母粒子の球形の度合いを示し、また、形状係数（ $PM2/A$ ）はトナー母粒子の表面の凹凸の程度を示している。トナー母粒子の形状係数（ $ML2/A$ ）が1.40を超えると共に形状係数（ $PM2/A$ ）が1.30を超えると、球形から不定形に近づき、混合処理槽内での流動性が悪く、攪拌羽根の周速を低下させても収率が低下し、また、正帯電トナー量が増え、帯電量分布が広がるという問題がある。

【0012】

また、トナー母粒子の形状係数（ $ML2/A$ ）が1.05より小さいと共に形状係数（ $PM2/A$ ）が1.05より小さいと、球形形状が真球に近づき、トナー母粒子への外添剤粒子の均一付着が困難であり、そのため攪拌羽根の周速を上げざるを得ず、羽根先端や槽壁での溶着が発生し、収率が低下し、また、遊離外添剤量や正帯電トナー量も増え、帯電量分布が広がる傾向がある。

【0013】

球形状樹脂粒子はその形状係数（ $ML2/A$ ）が1.05～1.40、好ましくは1.05～1.30であり、かつ、形状係数（ $PM2/A$ ）が1.05～1.30、好ましくは1.05～1.20である。また、形状係数（ $ML2/A$ ）の値としては、形状係数（ $PM2/A$ ）の値より大とするといふ。トナー形状をこのような特定の球形度とすることで、トナー収率に優れるトナーの製造方法とでき、また、遊離外添剤量や正帯電トナー量が低く、帯電量分布の狭いトナーとできる。

【0014】

本発明で製造されるトナーは、トナー母粒子に外添剤粒子が付着されて負帯電性トナーとされるものであるが、そのトナー母粒子は、結着樹脂および着色剤を含み、必要に応じて、離型剤、分散剤、帯電制御剤、磁性剤などの内添剤を含有する。結着樹脂としては、例えばポリスチレン系樹脂、アクリレート系樹脂あるいはメタアクリレート系樹脂（以下、（メタ）アクリレート系樹脂という）、スチレンーアクリル系樹脂、ポリエステル樹脂、ポリエチレン樹脂、エポキシ樹脂、シリコン樹脂、ポリプロピレン樹脂、フッ素樹脂、ポリアミド樹脂、ポリビニルアルコール樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリビニルブチラール樹脂、およびこれらの樹脂の構成成分を含む共重合体などが用いられる。

【0015】

このような結着樹脂には、樹脂自体として正帯電性または弱負帯電性に帯電するものが

10

20

30

40

50

あり、例えばポリスチレン系樹脂、スチレンーアクリル系樹脂が例示される。

【0016】

ポリスチレン系樹脂としては、例えば、水素添加スチレン樹脂、スチレンーイソブチレン共重合体、アクリロニトリルーブタジエンスチレン共重合体（ABS樹脂）、アクリロニトリルースチレン共重合体（AS樹脂）、アクリロニトリルー塩化ポリエチレンースチレン共重合体（ACS樹脂）、スチレンーp-クロロスチレン共重合体、スチレンープロピレン共重合体、スチレンーブタジエン架橋ポリマー、スチレンーブタジエンー塩素化パラフィン共重合体、スチレンーアリアルアルコール共重合体、スチレンーブタジエンゴム、スチレンーマレイン酸エステル共重合体、スチレンーイソブチレン共重合体、スチレンー無水マレイン酸共重合体などが挙げられる。

10

【0017】

また、スチレンー（メタ）アクリレート系樹脂共重合体としては、例えばアクリレートースチレンーアクリロニトリル共重合体（ASA樹脂）、スチレンージエチルアミノーエチルメタアクリレート共重合体、スチレンーメチルメタアクリレート共重合体、スチレンーn-ブチルメタアクリレート共重合体、スチレンーメチルメタアクリレートーn-ブチルアクリレート共重合体、スチレンーメチルメタアクリレートーブチルアリレートーN-（エトキシメチル）アクリルアミド共重合体、スチレンーグリシジルメタアクリレート共重合体、スチレンーブタジエンージメチルアミノエチルメタアクリレート共重合体、スチレンーアクリル酸エステルーマレイン酸エステル共重合体、スチレンーメタアクリル酸メチルーアクリル酸2-エチルヘキシル共重合体、スチレンーn-ブチルアリレートーエチルグリコールメタアクリレート共重合体、スチレンーn-ブチルメタアクリレートーアクリル酸共重合体、スチレンーn-ブチルメタアクリレートー無水マレイン酸共重合体、スチレンーブチルアクリレートーイソブチルマレイン酸ハーフエステルージビニルベンゼン共重合体、スチレンーブタジエンーアクリレート共重合体、スチレンーアクリレート共重合体などが挙げられる。これらの結着樹脂には、通常、負帯電制御剤が添加され、適切な負帯電量を有するトナー母粒子が作成される。

20

【0018】

また、結着樹脂自体として負帯電性に帯電する樹脂としては、側鎖にカルボキシル基、フェニル基、チオフェニル基、スルホン酸基などの置換基を有している樹脂が例示される。これらの置換基は、金属塩の形態であることが好ましい。金属塩としては、亜鉛、マグネシウム、アルミニウム、ナトリウム、カルシウム、クロム、鉄、マンガン、コバルト等との金属塩であることが好ましい。あるいは、これらの置換基は、アンモニウムイオン、ピリジニウムイオン、イミダゾリウムイオン等の有機塩基との塩の形態でもよい。負帯電性樹脂としては、ポリエステル樹脂が最も好ましく用いられる。

30

【0019】

ポリエステル樹脂は、多価アルコールと多価カルボン酸またはその誘導体との重縮合によって得られ、側鎖にカルボキシル基を有する。多価アルコールとしては、2価アルコール、3価アルコールあるいは4価以上のアルコールが用いられる。2価アルコールとしては、エチレングリコール、1,2-プロピレングリコール、1,3-プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、1,4-ブチレングリコール、1,6-ヘキサングリコール、ネオペンチルグリコール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、ビスフェノールAエチレンオキサイド付加物、ビスフェノールAプロピレンオキサイド付加物などが挙げられる。3価アルコールとしては、グリセロール、トリメチロールプロパン、トリメチロールエタン、1,2,4-ブタントリオール、1,2,5-ペンタントリオール、2-メチルプロパントリオール、2-メチルー1,2,4-ブタントリオール、1,3,5-トリヒドロキシメチルベンゼンなどが挙げられる。4価以上のアルコールとしては、ソルビトール、1,2,3,6-ヘキサントトラオール、1,4-ソルビタン、ペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール、トリペンタエリスリトール等が挙げられる。中でも、ネオペンチルグリコール、トリメチロールプロパン、ビスフェノールAエチレンオキサイド付加物、およびビスフェノールAプロピレンオキサイド付加物が好ましく用

40

50

いられ、また、これらの多価アルコールは、単独または混合して用いられる。

【0020】

多価カルボン酸としては、2価カルボン酸、3価以上のカルボン酸、およびそれらの誘導体が挙げられる。2価カルボン酸としては、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、シトラコン酸、フタル酸、テレフタル酸、イソフタル酸などが挙げられる。2価カルボン酸の誘導体としては、これらの低級アルキルエステルまたは酸無水物が用いられる。低級アルキルエステルとしては、炭素数1～12のアルキルエステル、好ましくはメチルエステル、エチルエステルが好ましく用いられる。中でも、芳香族環を有する2価カルボン酸であるフタル酸、テレフタル酸、イソフタル酸、それらの低級アルキルエステル、またはそれらの無水物が好ましく用いられる。

10

【0021】

3価以上のカルボン酸としては、1, 2, 4-ベンゼントリカルボン酸、1, 2, 5-ベンゼントリカルボン酸、1, 2, 4-シクロヘキサントリカルボン酸、2, 5, 7-ナフタレントリカルボン酸、1, 2, 4-ナフタレントリカルボン酸、1, 2, 4-ブタントリカルボン酸、1, 2, 5-ヘキサトリカルボン酸、1, 3-ジカルボキシル-2-メチル-2-メチレンカルボキシプロパン、テトラ(メチレンカルボキシル)メタン、1, 2, 7, 8-オクタンテトラカルボン酸、ピロメリット酸が挙げられる。これらの誘導体として、これらのカルボン酸の低級アルキルエステルまたは酸無水物等が挙げられる。

【0022】

ポリエステル樹脂の製造方法には特に制限はなく、多価カルボン酸と多価アルコールとを、当業者が通常用いる方法により重縮合させることにより製造される。重縮合に際し、多価カルボン酸と多価アルコールとの反応量は、カルボキシル基と水酸基のモル比(OH/COOH)が0.8～1.4の間であることが好ましい。また、得られるポリエステル樹脂の酸価を1～100mg KOH/gになるように調整することが好ましい。より好ましくは1～30である。酸価が1mg KOH/gより小さいと電荷制御剤、剥離剤、着色剤等の内添剤の結着樹脂に対する分散性が低下する。酸価が100mg KOH/gを超えると、トナーの耐湿性が低下する。

20

【0023】

特に高いレベルの耐オフセット性、および透明性(定着画像の平滑性)を得たい場合には、ポリエステル樹脂としてウレタン変性ポリエステル樹脂を用いることが好ましい。ウレタン変性ポリエステル樹脂は、ポリエステル樹脂とイソシアネートとの反応により得られ、ポリエステル樹脂の水酸基1モル当量あたり、イソシアネートが0.3～0.99モル当量、好ましくは0.5～0.95モル当量の混合比で反応させるとよい。イソシアネートのモル比が0.3未満であると耐オフセット性が低下するおそれがある。0.99より大きくなると粘度上昇が著しく攪拌が困難になる場合がある。イソシアネートとしては、特に制限はないが、ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、トリレンジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、テトラメチルキシリレンジイソシアネート等が好ましく用いられる。

30

【0024】

着色剤としては、以下に示すような、有機顔料、無機顔料、および染料が使用できる。有機および無機顔料のうち、黒色顔料としては、カーボンプラック、酸化銅、四三酸化鉄、二酸化マンガン、アニリンブラック、活性炭などが用いられる。

40

【0025】

黄色顔料としては、黄鉛、亜鉛黄、カドミウムイエロー、黄色酸化鉄、ミネラルファストイエロー、ニッケルチタンイエロー、ネーブルスエロー、ナフトールエローS、ハンザエロー、ベンジジンエローG、ベンジジンエローGR、キノリンエローレーキ、パーマネントエローNCG、タートラジンレーキなどが用いられる。

【0026】

橙色顔料としては、赤色黄鉛、モリブデンオレンジ、パーマネントオレンジGTR、ピラズロンオレンジ、バルカンオレンジ、インダスレンブリリアントオレンジRK、ベンジ

50

ジンオレンジ G、インダスレンブリリアントオレンジ G K Mなどが用いられる。

【0027】

赤色顔料としては、ベンガラ、カドミウムレッド、鉛丹、硫化水銀、カドミウム、パーマネントレッド 4 R、リソールレッド、ピロゾロンレッド、ウオッチングレッド、カルシウム塩、レーキレッド D、ブリリアントカーミン 6 B、エオシンレーキ、ローダミンレーキ B、アリザリンレーキ、ブリリアントカーミン 3 Bなどが用いられる。

【0028】

紫色顔料としては、マンガン紫、ファストバイオレット B、メチルバイオレットレーキなどが用いられる。青色顔料としては、紺青、コバルトブルー、アルカリブルーレーキ、ビクトリアブルーレーキ、フタロシアニンブルー、無金属フタロシアニンブルー、フタロシ
10
シアニンブルー部分塩素化物、ファーストスカイブルー、インダスレンブルー B Cなどが用いられる。

【0029】

緑色顔料としては、クロムグリーン、酸化クロム、ピグメントグリーン B、マラカイトグリーンレーキ、ファイナルイエローグリーン Gなどが用いられる。

【0030】

白色顔料としては、亜鉛華、酸化チタン、アンチモン白、硫化亜鉛などが用いられる。

【0031】

体質顔料としては、バライト粉、炭酸バリウム、クレー、シリカ、ホワイトカーボン、タルク、アルミナホワイトなどが用いられる。
20

【0032】

また、染料としては、塩基性染料、酸性染料、分散染料、直接染料などが用いられる。このような染料としては、ニグロシン、メチレンブルー、ローズベンガル、キノリンイエロー、ウルトラマリンブルーなどが例示される。

【0033】

本発明が、透光性カラートナーである場合、着色剤としては、以下に示す種々の顔料、染料が用いられる。

【0034】

黄色顔料としては、C.I.10316 (ナフトールイエロー S)、C.I.11710 (ハンザエロー 1
0 G)、C.I.11660 (ハンザエロー 5 G)、C.I.11670 (ハンザエロー 3 G)、C.I.11680
(ハンザエロー G)、C.I.11730 (ハンザエロー GR)、C.I.11735 (ハンザエロー A)、
C.I.11740 (ハンザエロー NR)、C.I.12710 (ハンザエロー R)、C.I.12720 (ピグメン
トイエロー L)、C.I.21090 (ベンジジンエロー)、C.I.21095 (ベンジジンエロー G)、
C.I.21100 (ベンジジンエロー GR)、C.I.20040 (パーマネントエロー NCG)、C.I.21
220 (バルカンファストエロー 5)、C.I.21135 (バルカンファストエロー R)などが用い
られる。
30

【0035】

赤色顔料としては、C.I.12055 (スターリン I)、C.I.12075 (パーマネントオレンジ)
、C.I.12175 (リソールファストオレンジ 3 GL)、C.I.12305 (パーマネントオレンジ G
TR)、C.I.11725 (ハンザエロー 3 R)、C.I.21165 (バルカンファストオレンジ GG)
、C.I.21110 (ベンジジンオレンジ G)、C.I.12120 (パーマネントレッド 4 R)、C.I.12
70 (パラレッド)、C.I.12085 (ファイヤーレッド)、C.I.12315 (ブリリアントファスト
スカーレット)、C.I.12310 (パーマネントレッド F 2 R)、C.I.12335 (パーマネントレ
ッド F 4 R)、C.I.12440 (パーマネントレッド FRL)、C.I.12460 (パーマネントレ
ッド FRL L)、C.I.12420 (パーマネントレッド F 4 RH)、C.I.12450 (ライトファスト
レッドトナー B)、C.I.12490 (パーマネントカーミン FB)、C.I.15850 (ブリリアン
トカーミン 6 B)などが用いられる。
40

【0036】

青色顔料としては、C.I.74100 (無金属フタロシアニンブルー)、C.I.74160 (フタロシ
50

アニンブルー)、C.I.74180(ファーストスカイブルー)などが用いられる。

【0037】

これらの着色剤は、単独であるいは複数組合せて用いることができるが、結着樹脂100質量部に対して、1~20質量部、好ましくは2~10質量部使用することが望ましい。20質量部より多いとトナーの定着性および透明性が低下し、一方、1質量部より少ないと所望の画像濃度が得られない虞れがある。

【0038】

離型剤としては、パラフィン系ワックス、ポリオレフィン系ワックス、芳香族基を有する変性ワックス、脂環基を有する炭化水素化合物、天然ワックス、炭素数12以上の長鎖脂肪酸またはそのエステル、長鎖脂肪酸金属塩(金属石鹸)、脂肪酸アミド、脂肪酸ビスアミド等が使用される。上記離型剤のうち、パラフィン系ワックス、ポリオレフィン系ワックスおよび金属石鹸が好ましく用いられる。

10

【0039】

パラフィン系ワックスとしては、例えばパラフィンワックス(日本石油(株)製あるいは日本精蠟(株)製)、マイクロワックス(日本石油(株)製)、マイクロクリスタリンワックス(日本精蠟(株)製)、硬質パラフィンワックス(日本精蠟(株)製)、PE-130(ヘキスト製)、三井ハイワックス110P(三井石油化学(株)製)、三井ハイワックス220P(三井石油化学(株)製)、三井ハイワックス660P(三井石油化学(株)製)、三井ハイワックス210P(三井石油化学(株)製)、三井ハイワックス320P(三井石油化学(株)製)、三井ハイワックス410P(三井石油化学(株)製)、三井ハイワックス420P(三井石油化学(株)製)、変性ワックスJC-1141(三井石油化学(株)製)、変性ワックスJC-2130(三井石油化学(株)製)、変性ワックスJC-4020(三井石油化学(株)製)、変性ワックスJC-1142(三井石油化学(株)製)、変性ワックスJC-5020(三井石油化学(株)製)、密ロウ、カルナバワックス、モンタンワックス等を挙げることができる。

20

【0040】

ポリオレフィン系ワックスとしては、例えば低分子量ポリプロピレン、低分子量ポリエチレン、酸化型のポリプロピレン、酸化型のポリエチレン等が挙げられる。ポリオレフィン系ワックスの具体例としては、例えば、Hoechst Wax PE520、Hoechst Wax PE130、Hoechst Wax PE190(ヘキスト製)、三井ハイワックス200、三井ハイワックス210、三井ハイワックス210M、三井ハイワックス220、三井ハイワックス220M(三井石油化学工業(株)製)、サンワックス131-P、サンワックス151-P、サンワックス161-P(三洋化成工業(株)製)などのような非酸化型ポリエチレンワックス、Hoechst Wax PED121、Hoechst Wax PED153、Hoechst Wax PED521、Hoechst Wax PED522、同Ceridust 3620、同Ceridust VP130、同Ceridust VP5905、同Ceridust VP9615A、同Ceridust TM9610F、同Ceridust 3715(ヘキスト製)、三井ハイワックス420M(三井石油化学工業(株)製)、サンワックスE-300、サンワックスE-250P(三洋化成工業(株)製)などのような酸化型ポリエチレンワックス、Hoechst Wachs PP230(ヘキスト製)、ビスコール330-P、ビスコール550-P、ビスコール660P(三洋化成工業(株)製)などのような非酸化型ポリプロピレンワックス、およびビスコールTS-200(三洋化成工業(株)製)などのような酸化型ポリプロピレンワックスが例示される。

30

40

【0041】

脂肪酸金属塩(金属石鹸)としては、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、オレイン酸亜鉛、パルミチン酸亜鉛、パルミチン酸マグネシウム等が好ましく用いられる。

【0042】

これらの離型剤は、単独であるいは組合せて使用することができる。離型剤としては、低軟化点(融点)の化合物が好ましく、軟化点が40~130℃、好ましくは50~120℃のものが、好ましく使用される。なお、軟化点は、セイコーインスツルメント(株)製「DSC120」で測定されるDSC吸熱曲線における吸熱メインピーク値で表される。

50

【0043】

分散剤として、金属石鹸、ポリエチレングリコール等を添加してもよい。

【0044】

帯電制御剤は、トナー母粒子の帯電性を制御するために、必要に応じて用いられる。結着樹脂自体の負帯電性の度合いが低い場合、あるいは結着樹脂自体が正に帯電している場合には、負帯電制御剤を用いてトナー母粒子全体が所望のレベルの負帯電性を有するようにする。

【0045】

負帯電制御剤としては、サリチル酸誘導体の金属塩あるいは金属錯体、ベンジル酸誘導体の金属塩、フェニルボレイト4級アンモニウム塩などが挙げられる。サリチル酸誘導体あるいはベンジル酸誘導体の金属塩としては、これらの亜鉛塩、ニッケル塩、銅塩、クロム塩などが好ましく用いられる。市販の負帯電制御剤としては、例えば、オイルブラック (Color Index 26150)、オイルブラックBY (オリエント化学工業 (株) 製)、ボントロンS-22 (オリエント化学工業 (株) 製)、サリチル酸金属錯体E-81 (オリエント化学工業 (株) 製)、チオインジゴ系顔料、銅フタロシアニンのスルホニルアミン誘導体、スピロンブラックTRH (保土谷化学工業 (株) 製)、ボントロンS-34 (オリエント化学工業 (株) 製)、ニグロシンSO (オリエント化学工業 (株) 製)、セレスシュバルツ (R) G (ファルベン・ファブリケン・バイヤ製)、クロモーゲンシュバルツET00 (C.I.N0.14645)、アゾオイルブラック (R) (ナショナル・アニリン製) などが挙げられる。中でも、サリチル酸金属錯体E-81が好ましく用いられる。これらの負帯電制御剤は、単独であるいは複数種組合せて使用することができる。負帯電制御剤は、好ましくは、トナー母粒子の帯電量が $-5 \sim -60 \mu\text{C/g}$ となるように結着樹脂に配合される。従って、用いる結着樹脂の種類により、結着樹脂に対する添加量が決定されるが、一般的には、結着樹脂100質量部に対して0.1~5質量部の範囲で配合される。

【0046】

正帯電性制御剤は、トナー母粒子の負帯電量の調整のため、必要に応じて負帯電性樹脂に内添される。正帯電制御剤としては、市販の正帯電制御剤が用いられる。例えば、ニグロシンベースEX (オリエント化学工業 (株) 製)、第4級アンモニウム塩P-51 (オリエント化学工業 (株) 製)、ニグロシンボントロンN-01 (オリエント化学工業 (株) 製)、スーダンチーフシュバルツBB (ソルベントブラック3: Color Index 26150)、フェットシュバルツHBN (C.I.N0.26150)、ブリリアントスピリッツシュバルツTN (ファルベン・ファブリッケン・バイヤ製)、ザボンシュバルツX (ファルベルケ・ヘキスト製) が挙げられる。中でも第4級アンモニウム塩P-51が好ましく用いられる。上記の他に、アルコキシ化アミン、アルキルアミド、モリブデン酸キレート顔料なども正帯電制御剤として用いられる。これらの正帯電制御剤は、単独であるいは複数種組合せて使用することができる。

【0047】

磁性剤として、例えば、Fe、Co、Ni、Cr、Mn、Zn等の金属粉、 Fe_3O_4 、 Fe_2O_3 、 Cr_2O_3 、各種フェライト等の複合金属酸化物、マンガンを酸を含む合金等の熱処理によって強磁性を示す合金等を添加してもよく、これらは、予めカップリング剤等で処理したものをを用いてもよい。

【0048】

トナー母粒子としては、粉碎法および重合法により得られるトナー母粒子のいずれでもよい。粉碎法トナーとしては、(1) 結着樹脂、着色剤、および離型剤等の添加剤を所定量、例えば、ヘンシェルミキサー20B (三井鉱山 (株)) などの混合機に投入し、均一に混合する。(2) 次に、得られた混合物を二軸混練押出機 (池貝化成 (株) 製PCM-30) に投入して均一に溶融混練する。溶融混練手段としては、他に「TEM-37」 (東芝機械 (株))、「KRCニーダー」 ((株) 栗本鉄工所) 等の連続式混練機や加熱・加圧ニーダーのようなバッチ式混練機等が挙げられる。(3) 得られた溶融混練物を、粉碎手段を用いて微粉碎し、所望の平均粒子径のトナー母粒子を得る。粉碎は、例

例えば、ジェット粉砕機 200AFG（ホソカワミクロン（株））あるいは IDS-2（日本ニューマチック工業（株））を使用するジェットエアーによる衝突粉砕の他に機械式粉砕機ターボミル（川崎重工（株））、スーパーローター（日清エンジニアリング（株））等により行われるとよい。（４） 微粉砕後、風力又はローター回転を用いて、得られたトナー母粒子の粒度を調整する。例えば、風力分級装置 100ATP（ホソカワミクロン（株））又は DSX-2（日本ニューマチック工業（株））又はエルボージェット（日鉄鉱業（株））等を使用するとシャープな粒径分布となる。（５） 粉砕法トナーの球形化処理は、粉砕工程で、比較的丸い球状で粉砕可能な装置、例えば機械式粉砕機として知られるターボミル（川崎重工業製）を使用するか、また、粒度調整したトナーを熱風球形化装置（日本ニューマチック工業製）により処理し、その形状係数（ $ML2/A$ ）、形状係数（ $PM2/A$ ）を上述した範囲内に調整する。 10

【0049】

次に、重合法トナーは、懸濁重合法、乳化重合法、分散重合法等により得られる。懸濁重合法においては、重合性単量体、着色顔料、離型剤、必要により更に、染料、重合開始剤、架橋剤、荷電制御剤、その他の添加剤を溶解又は分散させた単量体組成物を、懸濁安定剤（水溶性高分子、難水溶性無機物質）を含む水相中に攪拌しながら添加して造粒、重合させ、所望の粒子サイズを有する着色トナー母粒子を形成するものである。重合法トナー作製に用いられる材料において、着色剤、離型剤、荷電制御剤に関しては上述した粉砕トナーと同様の材料が使用できる。

【0050】

また、乳化重合法においては、単量体と離型剤、必要により更に重合開始剤、乳化剤（界面活性剤）などを水中に分散させて重合を行い、次いで凝集過程で着色剤、荷電制御剤と凝集剤（電解質）等を添加することによって所望の粒子サイズを有する着色トナー母粒子を形成することができる。 20

【0051】

また、結着樹脂と着色剤、離型剤等の内添剤を有機溶媒に溶解した後、水性溶媒中に分散剤・乳化剤と共に分散させ、造粒し、分離・乾燥することによりトナー母粒子を作製してもよい。

【0052】

重合性単量体成分としては、公知のビニル系モノマーが使用可能であり、例えば、スチレン、*o*-メチルスチレン、*m*-メチルスチレン、*p*-メチルスチレン、 α -メチルスチレン、*p*-メトキシスチレン、*p*-エチルスチレン、ビニルトルエン、2,4-ジメチルスチレン、*p*-*n*-ブチルスチレン、*p*-フェニルスチレン、*p*-クロルスチレン、ジビニルベンゼン、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸プロピル、アクリル酸*n*-ブチル、アクリル酸イソブチル、アクリル酸*n*-オクチル、アクリル酸ドデシル、アクリル酸ヒドロキシエチル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸フェニル、アクリル酸ステアрил、アクリル酸2-クロロエチル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸プロピル、メタクリル酸*n*-ブチル、メタクリル酸イソブチル、メタクリル酸*n*-オクチル、メタクリル酸ドデシル、メタクリル酸ヒドロキシエチル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸ステアрил、メタクリル酸フェニル、アクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、フマル酸、ケイ皮酸、エチレングリコール、プロピレングリコール、無水マレイン酸、無水フタル酸、エチレン、プロピレン、ブチレン、イソブチレン、塩化ビニル、塩化ビニリデン、臭化ビニル、フッ化ビニル、酢酸ビニル、プロピレン酸ビニル、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、ビニルメチルエーテル、ビニルエチルエーテル、ビニルケトン、ビニルヘキシルケトン、ビニルナフタレン等が挙げられる。なお、フッ素含有モノマーとしては例えば2,2,2-トリフルオロエチルアクリレート、2,2,3,3-テトラフルオロプロピルアクリレート、フッ化ビニリデン、三フッ化エチレン、テトラフルオロエチレン、トリフルオロプロピレンなどはフッ素原子が負荷電制御に有効であるので使用が可能である。 30 40 50

【0053】

乳化剤（界面活性剤）としては、例えばドデシルベンゼン硫酸ナトリウム、テトラデシル硫酸ナトリウム、ペンタデシル硫酸ナトリウム、オクチル硫酸ナトリウム、オレイン酸ナトリウム、ラウリン酸ナトリウム、ステアリン酸カリウム、オレイン酸カルシウム、ドデシルアンモニウムクロライド、ドデシルアンモニウムブロマイド、ドデシルトリメチルアンモニウムブロマイド、ドデシルピリジニウムクロライド、ヘキサデシルトリメチルアンモニウムブロマイド、ドデシルポリオキシエチレンエーテル、ヘキサデシルポリオキシエチレンエーテル、ラウリルポリオキシエチレンエーテル、ソルビタンモノオレアートポリオキシエチレンエーテル等がある。

【0054】

重合開始剤としては、例えば、過硫酸カリウム、過硫酸ナトリウム、過硫酸アンモニウム、過酸化水素、4, 4'-アゾビスシアノ吉草酸、 t -ブチルヒドロパーオキサイド、過酸化ベンゾイル、2, 2'-アゾビス-イソブチロニトリル等がある。

【0055】

凝集剤（電解質）としては、例えば、塩化ナトリウム、塩化カリウム、塩化リチウム、塩化マグネシウム、塩化カルシウム、硫酸ナトリウム、硫酸カリウム、硫酸リチウム、硫酸マグネシウム、硫酸カルシウム、硫酸亜鉛、硫酸アルミニウム、硫酸鉄等が挙げられる。

【0056】

重合法トナーの球形度の調節法としては、乳化重合法においては2次粒子の凝集過程で温度と時間を制御することで適宜調整することができる。また、懸濁重合法では真球状のトナー母粒子が得られるが、トナー母粒子の T_g 温度以上で加熱変形させることで球形度を適宜調整することができる。

【0057】

離型剤の含有量としては、粉碎トナーにおいては粉碎性の観点から結着樹脂100質量部に対して1～10質量部、好ましくは2～7質量部であり、また、重合トナーにおいては、5～30質量部、好ましくは5～20質量部であるが、粉碎トナーにおいては、結着樹脂自体を低溶融性のものとしてもよく、例えば本出願人が先に出願した特願2003-293707、特願2003-293708、特願2003-293709に記載の結晶性ポリエステル樹脂を含有する結着樹脂が例示される。

【0058】

結着樹脂の質量平均分子量は特に制限はないが、通常2,000～30,000、好ましくは4,000～25,000、更に好ましくは6,000～20,000である。分子量が2,000よりも小さいとフロー軟化点（ $T_{f1/2}$ ）が低くなりすぎ、耐久性が低下し、また、粉碎法トナーにあっては混練時の粘度が低くなり、着色剤の分散が十分に行うことができなくなる恐れがあり、得られたトナーの彩度あるいは透明性が低下することがある。分子量が30,000より大きいと、フロー軟化点（ $T_{f1/2}$ ）が高くなりすぎ、低温定着可能なトナーとはできず、また、粉碎法トナーにあっては粘度が高くなり過ぎて、着色剤の分散を十分に行うことができず、トナーの彩度あるいは透明性が低下することがある。また、粉碎性が低下する虞がある。なお、上記範囲内の分子量を有する樹脂を複数混合して結着樹脂としてもよい。また、結着樹脂の分子量は、ゲル・パーミエーション・クロマトグラフィー（GPC）によって測定される。

【0059】

本発明のトナー母粒子は、画像形成に際して低温で熱圧定着するに適したトナーとするために、トナー母粒子のフロー軟化点（ $T_{f1/2}$ ）は100～130℃、好ましくは100～120℃とされる。また、トナー母粒子のガラス転移温度（ T_g ）は50～100℃、好ましくは60～90℃である。なお、外添剤粒子を付着して得られるトナーにおけるフロー軟化点（ $T_{f1/2}$ ）は100～130℃、好ましくは100～120℃のものとされ、定着工程における熱圧条件（140～200℃、線圧0.04～0.1kgf/mm）において定着可能な、所謂「低温定着可能なトナー」とするものである。

【0060】

10

20

30

40

50

フロー軟化点 ($T_f 1/2$) は、結着樹脂 1.0 g をペレット状に加圧成形してサンプルとし、(株) 島津製作所製「フローテスター CFT-500D」を用いて、下記条件にて測定する。昇温速度 $5^\circ\text{C}/\text{分}$ ；シリンダー圧力 2.0 MPa；ダイ穴径 1.0 mm；ダイ穴長 1.0 mm；Tm 算出法 1/2 法。さらに、結着樹脂のガラス転移温度 (T_g) は、結着樹脂 10 mg をアルミニウム製セルにパッキングし、セイコーインスツルメント (株) 製「DSC120」を用いて下記の条件で測定する。測定温度 $0 \sim 200^\circ\text{C}$ ；昇温速度 $10^\circ\text{C}/\text{分}$ ；2 度目の昇温時の DSC 曲線より読み取る。

【0061】

本発明におけるトナー母粒子の平均粒径 $\{D_{50}(\text{pop})\}$ は、粉碎法トナー、重合法トナー共に $10.0 \mu\text{m}$ 以下、好ましくは $3.0 \mu\text{m} \sim 8.0 \mu\text{m}$ である。 10
 $10 \mu\text{m}$ よりも大きなトナー粒子では、 1200 dpi 以上の高解像度で潜像を形成しても、その解像度の再現性が小粒子径のトナーに比べて低下し、また $3.0 \mu\text{m}$ より小さくなると、トナーによる隠蔽性が低下するとともに、流動性を高めるために外添剤の使用量が増大し、その結果、定着性能が低下する傾向があるので好ましくない。なお、本発明における上述したトナー母粒子やトナー粒子の $D_{10}(\text{pop})$ 、 $D_{50}(\text{pop})$ 値は、粒子像分析装置 (シスメックス製 FPIA2100) で測定した値である。

【0062】

本発明における外添剤粒子について説明する。まず、負帯電性シリカ微粒子としては、平均粒子径が $4 \sim 120 \text{ nm}$ 、好ましくは $5 \sim 70 \text{ nm}$ 、さらに好ましくは平均粒子径が $6 \sim 60 \text{ nm}$ のものが用いられる。負帯電性シリカ微粒子の平均粒子径が小さい程、得ら 20
れるトナーの流動性が高くなるが 4 nm より小さいとトナー母粒子に埋没してしまう虞がある。また、 120 nm を超えると流動性が極端に悪くなる虞がある。なお、本明細書において、負帯電性シリカ、正帯電性シリカなどの外添剤微粒子について平均粒子径というときは、特に断らない限り、体積平均粒子径を意味する。

【0063】

負帯電性シリカ微粒子としては、粒子径が均一な負帯電性シリカ微粒子を単独で用いてもよいが、平均粒子径が異なる 2 以上の負帯電性シリカ微粒子を併用することが好ましい。一般には、平均粒子径の小さい負帯電性シリカ微粒子 (小粒子径のシリカ) が用いられているが、これと平均粒子径の大きい負帯電性シリカ微粒子 (大粒子径のシリカ) とを併用することにより、小粒子径のシリカのみを用いる場合に比べて、帯電量の絶対値を大き 30
くすることができると共に大粒子径のシリカが抵抗となり、小粒子径のシリカがトナー母粒子内に埋没されることが妨げられるため、長期の帯電の安定に優れるようになる。さらに、トナーの流動性を向上させ、熱に対するブロッキング効果を発揮して、トナーの保存性を高めることが可能となる。好ましくは、小粒子径のシリカとして平均粒子径が $5 \sim 20 \text{ nm}$ 、好ましくは $6 \sim 15 \text{ nm}$ の負帯電性シリカ微粒子と大粒子径のシリカとして平均粒子径が $20 \sim 70 \text{ nm}$ 、好ましくは $20 \sim 60 \text{ nm}$ の負帯電性シリカ微粒子とを併用することが好ましい。また、大粒子径のシリカと小粒子径のシリカとの平均粒子径の差は、 10 nm 以上あることが好ましく、 20 nm 以上あることがさらに好ましい。

【0064】

大粒子径のシリカと小粒子径のシリカとの添加比が質量比で $1:3 \sim 3:1$ 、好ましくは 40
 $1:2 \sim 2:1$ 、さらに好ましくは $1:1.5 \sim 1.5:1$ であることが、トナーに流動性を付与し、かつ帯電の長期安定性を得る上で好ましい。大粒子径シリカと小粒子径シリカとを用いる場合には、トナー母粒子に同時に混合して添加してもよく、いずれかを先に添加し、次いで、他方を添加してもよい。

【0065】

負帯電性シリカ微粒子の添加量は、トナー母粒子の粒子径分布あるいは流動性などにより、または外添剤の粒子径分布、所望の帯電量などにより変動し得る。例えば、上記小粒子径のシリカであれば、トナー母粒子 100 質量部に対して $0.5 \sim 2.0$ 質量部、好ましくは $0.7 \sim 1.5$ 質量部添加される。大粒子径シリカの場合、 $0.2 \sim 2.0$ 質量部、好ましくは、 $0.3 \sim 1.5$ 質量部添加される。大粒子径シリカと小粒子径シリカとを 50

併用する場合、上記混合比率を考慮しつつ、トナー母粒子100質量部に対して合計量で0.5～3.0質量部、好ましくは0.7～2.5質量部添加される。

【0066】

負帯電性シリカ微粒子は疎水化処理されていることが好ましい。負帯電性シリカ微粒子の表面を疎水性にすることにより、トナーの流動性および帯電性がさらに向上する。シリカ微粒子の疎水化は、アミノシラン、ヘキサメチルジシラザン、ジメチルジクロロシランなどのシラン化合物；あるいはジメチルシリコーン、メチルフェニルシリコーン、フッ素変性シリコーンオイル、アルキル変性シリコーンオイル、アミノ変性シリコーンオイル、エポキシ変性シリコーンオイル等のシリコーンオイルを用いて、例えば、湿式法、乾式法など当業者が通常使用する方法により行われる。疎水性負帯電性シリカ微粒子としては、市販の日本アエロジル（株）製のRX200、同RX50、キャボット（株）製のTG811F、同TG810G、同TG308Fなどが例示される。

10

【0067】

正帯電性シリカ微粒子としては、流動性などを考慮して、体積平均粒子径が10～50nm、好ましくは15～40nmである。正帯電性シリカ微粒子は、トナー母粒子100質量部に対して0.1～1.0質量部、好ましくは0.2～0.8質量部添加される。負帯電性樹脂を結着樹脂として使用し、負帯電性シリカ微粒子を帯電制御剤として使用しない場合、正帯電性シリカ微粒子は、トナー母粒子100質量部に対して0.1～2.0質量部、好ましくは0.3～1.5質量部添加される。

【0068】

正帯電性シリカ微粒子は、疎水化処理されていることが好ましい。正帯電性シリカ微粒子の表面を疎水性にすることにより、トナーの外部環境の変化に対する帯電性の変化を小さくし（すなわち、安定な帯電性を維持し）、かつトナーの流動性を良好にするために、好ましい。正帯電性シリカ微粒子の疎水化は、上記負帯電性シリカ微粒子の疎水化と同じ方法により行われる。疎水性正帯電性シリカ微粒子としては、市販の日本アエロジル（株）製のNA50H、キャボット（株）製のTG820Fなどが例示される。

20

【0069】

また、本発明における外添剤粒子としては、疎水処理されたシリカ微粒子の他に、比較的電気抵抗率の小さい酸化チタンの微粒子を添加してもよい。酸化チタンは、ルチル型、アナターゼ型、ルチルーアナターゼ型などの結晶形を取り得る。いずれの結晶系の酸化チタンを用いてもよいが、ルチルーアナターゼ型の酸化チタンが、電荷の調整をしやすい点、印字枚数が増えても、酸化チタン粒子がトナー母粒子内に埋没し難いなどの点で好ましく用いられる。酸化チタン微粒子の大きさに特に制限はないが、粒径あるいは長軸の大きさが10～100nmの大きさであることが好ましい。ルチルーアナターゼ型の酸化チタンの場合、長軸が10～100nm程度の酸化チタン微粒子であることが好ましい。

30

【0070】

酸化チタン微粒子は、トナー母粒子100質量部に対して0.2～2.0質量部、好ましくは0.3～1.5質量部添加される。なお、酸化チタン微粒子と正帯電性シリカ微粒子を使用する場合には、質量比で1：3～3：1の範囲で添加されることが、トナーの電気抵抗の極端な低下を引き起こすことなく電荷の調整が行える点で好ましい。

40

【0071】

酸化チタンの微粒子の表面が疎水性であることが、トナーの外部環境の変化に対する帯電性の変化を小さくし（すなわち、安定な帯電性を維持し）、かつトナーの流動性を良好にするために好ましい。酸化チタン微粒子の疎水化は、上記負帯電性シリカ微粒子の疎水化と同じ方法で行われる。疎水性酸化チタン微粒子としては、チタン工業（株）製のSTT-30Sなどが例示される。

【0072】

酸化チタン微粒子以外の無機微粒子も、帯電性の制御、流動性の向上を目的として外添され得る。例えば、無機微粒子としては、酸化アルミニウム、酸化ストロンチウム、酸化錫、酸化ジルコニア、酸化マグネシウム、酸化インジウム等の金属酸化物の微粒子、窒化

50

珪素等窒化物の微粒子、炭化珪素等の炭化物の微粒子、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、炭酸カルシウム等の金属塩の微粒子、並びにこれらの複合物等の無機微粒子が挙げられる。電気抵抗率が $10^9 \Omega \text{cm}$ 以下の、比較的電気抵抗率の小さい金属酸化物の微粒子が好ましく用いられる。添加する無機微粒子の大きさに特に制限はないが、粒径が $10 \sim 30 \text{nm}$ の大きさであることが好ましい。これらの無機微粒子は、帯電特性の安定化を目的として、その表面を疎水化処理することが好ましい。疎水化処理は、上記負帯電性シリカ微粒子、正帯電性シリカ微粒子の疎水化方法のいずれかと同じ方法が採用される。

【0073】

他に、外添剤粒子として、長鎖脂肪酸またはその塩が例示される。長鎖脂肪酸としては、好ましくは炭素数 $10 \sim 30$ 、より好ましくは炭素数 $12 \sim 28$ 、さらに好ましくは炭素数 $12 \sim 18$ の飽和、または不飽和脂肪酸が用いられる。長鎖脂肪酸は分岐を有していてもよいが、直鎖飽和脂肪酸、例えばステアリン酸が好ましく用いられる。長鎖脂肪酸は、塩の形態で用いることが好ましく、金属塩（いわゆる金属石鹸）の形態であることがさらに好ましい。長鎖脂肪酸の金属塩としては特に制限はないが、例えばカルシウム塩、亜鉛塩、マグネシウム塩、アルミニウム塩、リチウム塩等が挙げられる。金属石鹸としては、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸亜鉛等が挙げられ、これらの微粒子が好ましく用いられる。長鎖飽和脂肪酸またはその塩でなる粒子は、単独で用いてもよく、2種以上混合して用いてもよい。

【0074】

長鎖脂肪酸またはその塩、特に長鎖脂肪酸金属塩（金属石鹸）は、体積平均粒子径もしくは長軸の径が $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ であることが好ましく、 $1 \sim 5 \mu\text{m}$ であることがより好ましい。平均粒子径または長軸の径がこの範囲を外れると、結着剤、滑剤、流動補助剤としての効果、あるいはトナー凝集防止効果が十分に発揮できない傾向にある。

【0075】

長鎖脂肪酸またはその塩、特に金属石鹸は、耐熱性および潤滑性の観点から、融点が $100 \sim 160^\circ\text{C}$ 程度のものが好ましい。融点が 100°C より低いとトナーの耐熱性が低下し、高温環境で保管した場合にトナーが凝集するおそれがある。 160°C より高いと潤滑作用が低減するおそれがある。

【0076】

長鎖飽和脂肪酸またはその塩でなる粒子は、トナー母粒子 100 質量部に対して $0.1 \sim 1.0$ 質量部、好ましくは $0.1 \sim 0.5$ 質量部添加される。添加量が 0.1 質量部より少ないと、上記結着剤としての効果、凝集防止効果、流動補助剤、滑剤などの効果を十分に発揮することができないおそれがある。また、添加量が 1.0 質量部より多いと流動性に劣り、帯電立ち上がり性が著しく悪化し、カブリなどのノイズが発生するおそれがある。

【0077】

外添剤粒子を付着したトナー粒子の平均帯電量は $-5 \sim -30 \mu\text{C/g}$ であることが好ましい。帯電量がこの範囲より小さいと現像器からのトナー漏れが激しくなり、また、帯電量がこの範囲より大きいと、十分な画像濃度を得るためには過剰な現像バイアスを付与することが必要となる等の問題が生じる。帯電量は以下のように測定される。気温 25°C 、 $45\% \text{RH}$ の環境下、LP-1500（セイコーエプソン（株）製）の現像器にトナーを入れ、現像器を空回しした後、現像ローラの表面に 0.3kg/cm^2 の圧力の窒素ガスを吹き付け、ホソカワミクロン（株）製の E-SPART アナライザーを用いて、トナー 1 個毎の帯電量（ Q ）および質量（ m ）を測定して、トナーの帯電量（ Q/m ）を測定する。

【0078】

本発明におけるトナー母粒子と外添剤粒子との混合処理に際しては、図1、図2に示す球形混合処理槽が使用される。図1は中央断面図、図2は混合羽根の一例の平面図である。図中、1は処理槽、2は水平円板状の槽底、3は駆動軸、4はドーナツ状円板、5は攪拌羽根、6はエアシール孔、7はシールエアを逃す筒状部材、8はフランジ、9はジャ

ケットである。

【0079】

図1に示すように、球形混合処理槽1は、水平円板状の槽底2と、槽底2の中心を垂直に貫く駆動軸3に攪拌羽根（タービン羽根）5が取付けられている。攪拌羽根5にはその上部に補強を目的とするドーナツ状円板4が取付けられている。容器1内部には筒状部材7が配置され、被処理物は筒状部材7から槽内に投入される。投入された被処理物は、攪拌羽根5による遠心力により処理槽1内壁に沿って上向きに放出される。攪拌羽根5によって放出される被処理物は筒状部材7の外壁面で受け止められて落下する。落下した被処理物はドーナツ状円板4の中心孔と駆動軸3との間から攪拌羽根5に再供給され、以上を繰り返すことで分散混合が進む。

10

【0080】

また、処理槽1は水平状の槽底2を有する球形とされ、上下に2分割されるように中央部にフランジ8が備えられ、また、球形部全体はジャケット9が設けられて2重構造とされ、熱媒体が流されて被処理物を加熱または冷却可能とされる。処理槽1の上部には、上述したように、被処理物の投入孔を兼ねた筒状部材7が、また、下部には外添処理済みの被処理物の排出口（図示せず）が適宜設けられている。

【0081】

駆動軸3には上述のごとく槽底側近傍に攪拌羽根5が外部動力により回転可能に取り付けられ、その先端は、図1、図2に示すようにドーナツ状円板4の外周と槽壁との間に位置するように配置されている。また、攪拌羽根5の下側のエッジは、図1に示すように処理槽1の球面状の内壁に沿った弧状とされ、回転することにより被処理物を矢印のごとく処理槽内面の曲面に沿って処理槽頂部に向けて放出可能な形状とされている。シールエア孔6は、高温となる駆動軸部分に被処理物が溶着することを防止するためのエア供給孔であり、また、供給されたエアは筒状部材7から排出される。

20

【0082】

被処理物の均一処理性、供給されたエアの排出性の観点から、筒状部材7の容器内部での長さは、容器内部のドーナツ状円板4からの高さの $1/20$ 以上、好ましくは $1/3$ 以上の長さとするといいが、上限としては被処理物を静置した時の粉面に接触しない程度の長さとするといふ。また、筒状部材7は円筒形状以外でもシールエアが抜ける構造であればよく、例えばスリットを有した構造でもよい。

30

【0083】

また、水平状の槽底2の直径と処理槽1の直径との比は $0.25 \sim 0.80$ であり、ドーナツ状円板4の外径と水平状の槽底2の直径との比は $0.50 \sim 1.20$ であり、攪拌羽根5の直径と処理槽1の直径との比は $0.50 \sim 0.90$ とするといふ。また、ドーナツ状円板4の内径と外径との比は $0.5 \sim 0.95$ 、好ましくは $0.7 \sim 0.8$ である。

【0084】

本発明は、このような球形混合処理槽内表面の凹凸の程度によって、トナー母粒子への外添剤粒子の均一付着性や遊離外添剤量が影響されること、また、溶着の程度が影響されることを見いだしたものであり、処理槽内壁面の表面粗さ（ R_y ）を $0.05 \mu m$ 以上とし、かつ、上述したトナー母粒子の $D_{10} (pop)$ の $1/5$ の値（ μm ）以下の粗さとすることにより、収率（回収重量）を高くできると共に遊離外添剤量や正帯電トナー量が少なく、シャープな帯電量分布のトナーとできる。球形混合処理槽の内壁面は、バフ研磨により表面粗さ（ R_y ）が規定粗さとなるように調整される。表面粗さ（ R_y ）は槽内面からランダムに選ばれた10点を、JIS B 0601に則って基準長さを設定し、それぞれ R_y を計測し、その算術平均値とする。

40

【0085】

処理槽内壁面の表面粗さ（ R_y ）が $0.05 \mu m$ 未満であると、槽内表面の凹凸が小さすぎ、トナー母粒子が真球に近いほど、槽内壁面での転動性が低下するので、外添剤粒子が均一に付着しないという問題があり、遊離外添剤量も多く、その結果、正帯電トナー量

50

が増大し、シャープな帯電量分布が得られないという問題がある。

【0086】

また、処理槽内壁面の表面粗さ（ R_y ）がトナー母粒子の D_{10} （ p_{op} ）の $1/5$ の値より粗いと、トナー母粒子中の無視できない量のトナー母粒子がその凹凸に引っ掛かり、転動性も悪く外添剤粒子の均一な付着ができず、また、内壁面に付着し、溶着し、回収量が低下するという問題がある。

【0087】

球状混合処理槽への被処理物の仕込み量は、処理槽の容積に対する比で $0.1 \sim 0.9$ 、好ましくは $0.3 \sim 0.5$ とするとよい。また、攪拌羽根の先端の周速度（ $\pi \times$ 羽根の最外径 $\times$ 回転数/時間）は $20 \text{ m/s} \sim 100 \text{ m/s}$ 、好ましくは $30 \text{ m/s} \sim 70 \text{ m/s}$ であり、混合処理時間としては $0.5 \sim 10$ 分、好ましくは $1 \sim 5$ 分である。温度上昇を避けるために数回に分けて混合してもよい。この時の1回の混合処理時間を前述の範囲にすることが望ましい。トナー母粒子と外添剤粒子との混合処理に際して周速度が遅かったり、混合処理時間が短いと混合処理が不充分となり、また、周速度が速すぎたり、混合処理時間が長いと溶着が発生し、収率が低下するので好ましくない。

【0088】

球形混合処理槽は、被処理物の急激な立ち上がりを解消することができるので、被処理物であるトナー母粒子と外添剤粒子とを曲面状の槽壁に沿って高速で流動させることができ、また、被処理物が流動する壁面距離が長く、トナー母粒子が転がりやすくなり短時間での均一な外添処理を可能とする。さらに、混合処理槽の天井まで被処理物を移動させた後、槽底の攪拌羽根に供給され再処理されるので、重力に依存していた被処理物の上下動が円筒形状の混合処理槽に比して、よりダイナミックとなり、また、上羽根を設ける必要がないという利点を有する。また、外添剤粒子の凝集が強い場合には、槽内に凸部を設けて乱流が発生させ解砕させることができる。

【0089】

本発明で製造されるトナーは、特開2002-202622に詳細に説明されている1成分系のトナーを用いる画像形成装置、また、2成分系のトナーを用いる画像形成装置のいずれにも適用でき、また、接触現像方式の画像形成装置や非接触式方式の画像形成装置のいずれにも適用できる。

【実施例1】

【0090】

スチレンモノマー80質量部、アクリル酸ブチル20質量部、およびアクリル酸5質量部からなるモノマー混合物を、水105質量部、ノニオン乳化剤（第一工業製薬製エマルゲン950）1質量部、アニオン乳化剤（第一工業製薬製ネオゲンR）1.5質量部、および過硫酸カリウム0.55質量部の水溶液混合物に添加し、窒素気流中下で攪拌を行いながら 70°C で8時間重合を行った。重合反応後冷却し、乳白色の粒径 $0.25 \mu\text{m}$ の樹脂エマルジョンを得た。

【0091】

次に、この樹脂エマルジョン200質量部、ポリエチレンワックスエマルジョン（三洋化成工業（株）製）20質量部およびフタロシアニンプルー10質量部を界面活性剤としてドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム0.2質量部を含んだ0.2リットルの水中へ分散し、ジエチルアミンを添加して pH を5.5に調整後攪拌しながら電解質として硫酸アルミニウム0.3質量部を加え、次いで攪拌装置（TKホモミキサー）で高速攪拌して分散を行った。

【0092】

更に、スチレンモノマー40質量部、アクリル酸ブチル10質量部、サリチル酸亜鉛5質量部を水40質量部と共に追加し、窒素気流下で攪拌しながら同様にして、 90°C に加熱し、過酸化水素水を加えて5時間重合し、粒子を成長させた。重合停止後会合粒子の結合強度を上げるため、 pH を5以上に調整しながら 95°C に昇温し、5時間保持した。その後得られた粒子を水洗し、 45°C で真空乾燥を10時間行い、シアントナー母粒子を得

た。

【0093】

シアントナー母粒子のD50 (pop) は4.8 μm 、D10 (pop) / 5は0.7 μm であり、また、フロー軟化点 (Tf1/2) 111.0 $^{\circ}\text{C}$ 、また、ML2/Aは1.10、PM2/Aは1.06であった。

【0094】

上記で得たトナー母粒子3.0 kgを球形混合槽 (三井鉱山 (株) 製、Q型20 L) に装填した後、シリカ微粒子 {日本アエロジル社製RX200 (平均粒子径12 nm) とRX50 (平均粒子径40 nm) の1:1 (重量比) 混合物} 30 gとを投入した。

【0095】

球形混合槽は、その内容積20リットル、筒状部材7の容器内部での長さは容器内部のドーナツ状円板4からの高さの1/11、また、槽底2の直径と処理槽1の直径との比は0.57、ドーナツ状円板4の外径と水平状の槽底2の直径との比は1.10、攪拌羽根 (タービン羽根) 5の直径と処理槽1の直径との比は0.75であり、また、ドーナツ状円板4の内径と外径との比は0.73であり、また、槽内面をステンレス製とし、バフ研磨によりその表面粗さ (Ry) を0.2 μm としたものである。

【0096】

この球形混合処理槽にシールエアー量1.0 Nm^3/h とし、タービン羽根の周速を60 m/s で、混合時間を2分間として混合処理し、トナー母粒子に負帯電性シリカ微粒子を外添処理した。被処理物の投入重量に対する回収重量の比 (収率) は97.0%であった。

【0097】

得られたトナーについて、シリカ微粒子の個数遊離率をパーティクルアナライザー (横川電機 (株) 製「PT1000」) を使用して求めたところ1.7個数%であった。測定全個数は5000個とした。ここで、個数遊離率は測定元素 (Si) の検出個数から計算されるもので次式で定義される。

個数遊離率 (%)

= 遊離外添剤の検出個数 ÷ (外添剤 + トナー母粒子) の全検出個数 × 100

次に、得られたトナーをカラープリンター (セイコーエプソン (株) 製「LP1500」) のトナーカートリッジに装填し、ベタ印字を行った。印字後、トナーカートリッジを取り出し、現像ローラ上のトナーの帯電量分布測定を行った。測定は帯電量分布測定器 (ホソカワミクロン (株) 製「E-SPART III」) を使用し、測定個数は3000個とした。正帯電トナー量は3.2個数%であり、また、帯電量 (Q/m、 $\mu\text{C/g}$) の標準偏差は11.4であった。

【実施例2】

【0098】

実施例1のトナー母粒子の製造に際して、2次粒子の凝集過程で温度と時間を調整して、平均粒径D50 (pop) は6.0 μm 、D10 (pop) / 5は0.9 μm であり、また、フロー軟化点 (Tf1/2) 112.5 $^{\circ}\text{C}$ 、また、ML2/Aは1.10、PM2/Aが1.06のトナー母粒子を得た。

【0099】

このトナー母粒子に、実施例1における球形混合処理槽において、その内壁面をバフ研磨によりその表面粗さ (Ry) を0.4 μm とした以外は同様の混合処理槽を使用し、実施例1同様に外添処理し、トナーとした。

【0100】

得られたトナーの粒度分布を粒子像分析装置 (シスメックス製 FPIA2100) で測定した結果を図4に示す。図4から、平均粒径D50 (pop) は6.0 μm 、D10 (pop) は4.5 μm であり、D10 (pop) / 5は0.9 μm であることがわかる。

【実施例3】

【0101】

実施例1のトナー母粒子の製造に際して、ワックスエマルジョンを15質量部とし、2次粒子の凝集過程で温度と時間を調整して、平均D50 (pop) 7.6 μm、D10 (pop) / 5は1.2 μm、フロー軟化点 (Tf1/2) 120.5℃であり、また、ML2/Aは1.25、PM2/Aは1.08のトナー母粒子を得た。

【0102】

このトナー母粒子に、実施例1における球形混合処理槽において、その内壁面をバフ研磨によりその表面粗さ (Ry) を0.8 μmとした以外は同様の混合処理槽を使用し、また、タービン羽根の周速度を50 m/sとした以外は実施例1同様に外添処理し、トナーとした。

10

【実施例4】

【0103】

実施例1のトナー母粒子の製造に際して、ワックスエマルジョンを10質量部とし、2次粒子の凝集過程で温度と時間を調整して、平均粒径D50 (pop) は7.2 μm、D10 (pop) / 5は1.1 μm、フロー軟化点 (Tf1/2) 128.2℃、また、ML2/Aは1.30、PM2/Aは1.25のトナー母粒子を得た。

【0104】

このトナー母粒子に、実施例1における球形混合処理槽において、その内壁面をバフ研磨によりその表面粗さ (Ry) を1.0 μmとした以外は同様の混合処理槽を使用し、また、タービン羽根の周速度を40 m/sとした以外は実施例1同様に外添処理し、トナーとした。

20

【実施例5】

【0105】

芳香族ジカルボン酸とアルキレンエーテル化ビスフェノールAとの重縮合ポリエステルと該重縮合ポリエステルの多価金属化合物による一部架橋物の50:50 (重量比) 混合物 (三洋化成工業 (株) 製) 100質量部、シアン顔料のフタロシアニンブルーを5質量部、離型剤として融点が152℃、重量平均分子量Mwが4000のポリプロピレン5質量部、および荷電制御剤としてのサリチル酸金属錯体E-81 (オリエント化学工業 (株) 製) 4質量部をヘンシェルミキサーを用い、均一混合した後、内温150℃の二軸押し出し機で混練した後、冷却した。次いで、冷却物を2mm角以下に粗粉碎し、次いでジェットミルで微粉碎し、ローター回転による分級装置により分級した後、熱風球形化装置サーフュージングシステム (日本ニューマチック工業製 SFS-3型) を使用し、熱処理温度200℃に設定し、部分的に球形化処理を行った後、同様にして再度分級し、シアントナー母粒子を得た。

30

【0106】

得られたシアントナー母粒子の平均粒径D50 (pop) は7.7 μm、D10 (pop) / 5は1.3 μm、フロー軟化点 (Tf1/2) 108.8℃、また、ML2/Aは1.26、PM2/Aは1.10であった。

【0107】

このトナー母粒子3.0kgを、実施例1における球形混合処理槽において、その内壁面をバフ研磨によりその表面粗さ (Ry) を0.8 μmとした以外は同様の混合処理槽に装填した後、シリカ微粒子 {日本アエロジル社製RX200 (平均粒子径12nm) とRX50 (平均粒子径40nm) の1.5:1.0 (重量比) 混合物} 30gとを投入し、タービン羽根の周速度を45 m/sとして同様に外添処理し、トナーとした。

40

【0108】

(比較例1)

実施例2のトナー母粒子の製造に際して、2次粒子の凝集過程で温度と時間を調整して、平均粒径D50 (pop) は4.8 μm、D10 (pop) / 5は0.7 μm、フロー軟化点 (Tf1/2) 120.5℃、また、ML2/Aは1.26、PM2/Aは1.09のトナー母粒子を得た。

50

【0109】

得られたトナー母粒子 3.0 kg を、実施例 1 における球形混合処理槽において、その内壁面をバフ研磨によりその表面粗さ (Ry) を 1.0 μm とした以外は同様の混合処理槽に装填した後、シリカ微粒子 {日本アエロジル社製 RX200 (平均粒子径 12 nm) と RX50 (平均粒子径 40 nm) の 1:1 (重量比) 混合物} 30 g を投入し、タービン羽根の周速度を 50 m/s として同様に外添処理し、トナーとした。

【0110】

(比較例 2)

比較例 1 で得たトナー母粒子 3.0 kg を、実施例 1 における球形混合処理槽において、その内壁面をバフ研磨によりその表面粗さ (Ry) を 0.04 μm とした以外は同様の混合処理槽に装填した後、シリカ微粒子 {日本アエロジル社製 RX200 (平均粒子径 12 nm) と RX50 (平均粒子径 40 nm) の 1:1 (重量比) 混合物} 30 g を投入し、タービン羽根の周速度を 50 m/s として同様に外添処理し、トナーとした。

【0111】

(比較例 3)

実施例 5 のトナー母粒子の粉碎法による製造に際して、離型剤を 3 質量部とし、熱風球形化処理を省略した以外は、実施例 4 と同様にして、トナー母粒子とした。

【0112】

得られたシアントナー母粒子の平均粒径 D50 (pop) は 7.9 μm 、D10 (pop) / 5 は 1.2 μm 、フロー軟化点 (Tf1/2) 132.5 $^{\circ}\text{C}$ 、また、ML2/A は 1.48、PM2/A は 1.35 であった。

【0113】

このトナー母粒子 3.0 kg を、実施例 1 における球形混合処理槽において、その内壁面をバフ研磨によりその表面粗さ (Ry) を 3.2 μm とした以外は同様の混合処理槽に装填した後、シリカ微粒子 {日本アエロジル社製 RX200 (平均粒子径 12 nm) と RX50 (平均粒子径 40 nm) の 1.5:1.0 (重量比) 混合物} 30 g を投入し、タービン羽根の周速度を 60 m/s として同様に外添処理し、トナーとした。

【0114】

実施例 2 ~ 実施例 5、比較例 1 ~ 比較例 3 で得られた各トナーについて、被処理物の投入重量に対する回収重量の比 (収率)、遊離シリカ量 (個数%)、正帯電トナー量 (個数%)、Q/m 値について、実施例 1 同様に測定し、その結果を下記表 1 に示す。なお、表 1 には実施例 1 の結果も同時に再録する。

【0115】

【表 1】

	収率 (%)	遊離シリカ (個数%)	正帯電トナー 量 (個数%)	Q/mの 標準偏差
実施例 1	97.0	1.7	3.2	11.4
” 2	97.2	1.6	2.9	10.4
” 3	98.1	0.8	3.1	9.7
” 4	96.4	0.6	3.4	13.1
” 5	95.2	1.9	2.8	15.3
比較例 1	92.0	3.0	9.1	21.2
” 2	95.9	5.5	11.4	25.2
” 3	91.2	3.5	10.4	29.2

10

20

【0116】

実施例 1～5 は、比較例 1～3 との対比から収率の高い製造方法とできると共に、遊離外添剤量や反対極性トナー量が少なく、また、帯電量分布の狭いトナーとできることがわかる。

【図面の簡単な説明】

【0117】

【図 1】 図 1 は、球形混合処理槽の中央断面図である。

【図 2】 図 2 は、混合羽根の一例の平面図である。

【図 3】 図 3 は、ヘンシェル型混合処理槽の中央断面図である。

【図 4】 図 4 は、実施例 2 で得たトナー母粒子の粒度分布を示す図である。

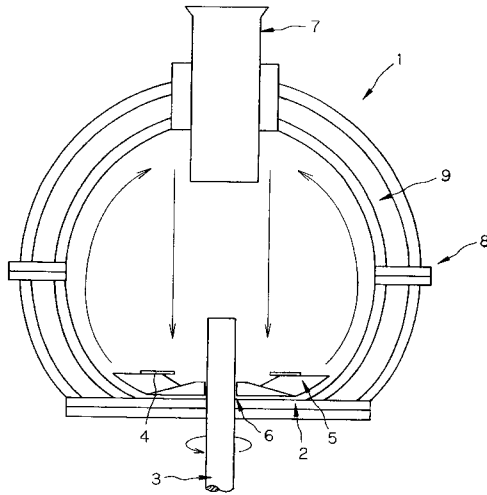
【符号の説明】

【0118】

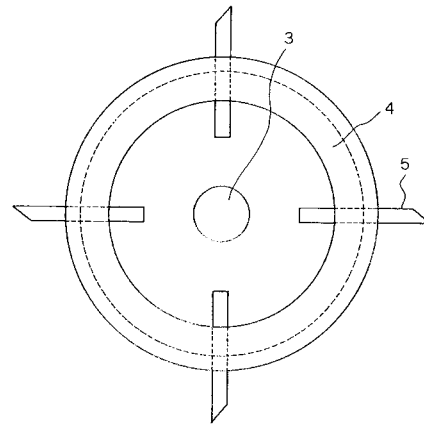
1 は処理槽、2 は水平円板状の槽底、3 は駆動軸、4 はドーナツ状円板、5 は攪拌羽根、6 はエアシール孔、7 はシールエアーを逃す筒状部材、8 はフランジ、9 はジャケット

40

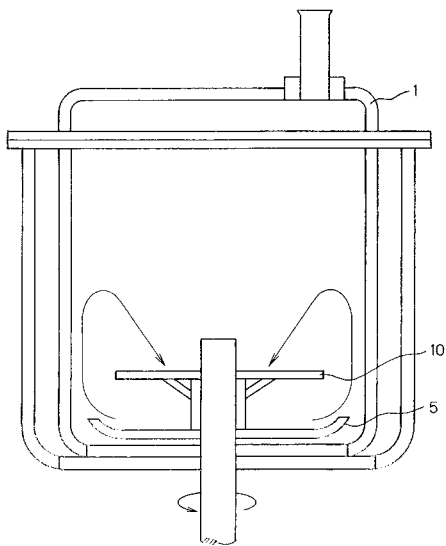
【図 1】



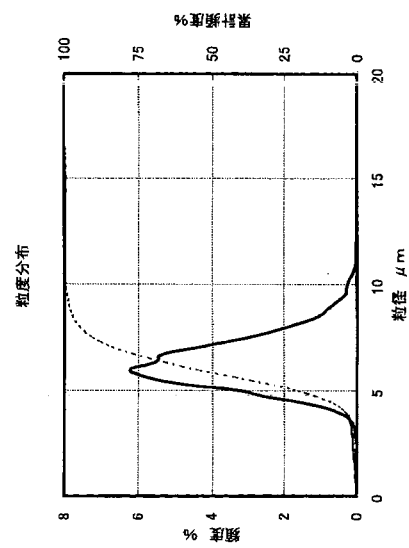
【図 2】



【図 3】



【図 4】



フロントページの続き

(74)代理人 100091971

弁理士 米澤 明

(74)代理人 100109748

弁理士 飯高 勉

(72)発明者 山上 利昭

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

(72)発明者 井熊 健

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

Fターム(参考) 2H005 AA08 AA15 AB10 CB07 CB13 EA03 EA05 EA10