

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5335333号  
(P5335333)

(45) 発行日 平成25年11月6日(2013.11.6)

(24) 登録日 平成25年8月9日(2013.8.9)

(51) Int.Cl.

F 1

G03G 9/08 (2006.01)

G03G 9/08 372

G03G 9/087 (2006.01)

G03G 9/08 374

G03G 9/08 384

G03G 9/08 381

請求項の数 10 (全 36 頁)

(21) 出願番号

特願2008-223803 (P2008-223803)

(22) 出願日

平成20年9月1日(2008.9.1)

(65) 公開番号

特開2010-60646 (P2010-60646A)

(43) 公開日

平成22年3月18日(2010.3.18)

審査請求日

平成23年9月1日(2011.9.1)

(73) 特許権者 000001007

キヤノン株式会社

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(74) 代理人 100096828

弁理士 渡辺 敏介

(74) 代理人 100110870

弁理士 山口 芳広

(72) 発明者 谷内 信也

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キ

ヤノン株式会社内

(72) 発明者 池田 直隆

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キ

ヤノン株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 画像形成方法

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

潜像担持体上にトナー像を形成する現像工程、該潜像担持体上のトナー像を中間転写体に転写する第1の転写工程、及び、該中間転写体上のトナー像を被転写材に転写する第2の転写工程をこの順に有する画像形成方法であって、

該中間転写体の表面のユニバーサル硬度が、10乃至200 (N/mm<sup>2</sup>) であり、

該第1の転写工程において、該潜像担持体と該中間転写体との該潜像担持体の回転方向における接觸幅が  $1.0 \times 10^{-3}$  至  $3.0 \times 10^{-2}$  (m) であり、

該潜像担持体と該中間転写体との当接圧が  $1000$  至  $1500$  (Pa) であり、

該トナーが、結着樹脂及び着色剤を含有するトナー粒子と、無機微粉体及び脂肪酸金属塩とを有し、

該トナー中の該脂肪酸金属塩の含有量が、該トナー粒子100質量部に対して0.02乃至0.50質量部であり、

該トナーからの該脂肪酸金属塩の遊離率が、1.0乃至25.0%であり、

該トナーと該中間転写体間での荷重0.5kgにおける動摩擦係数Aが、0.05乃至0.19である

ことを特徴とする画像形成方法。

## 【請求項 2】

前記トナーからの前記脂肪酸金属塩の遊離率が、2.0乃至20.0%である請求項1に記載の画像形成方法。

## 【請求項 3】

前記脂肪酸金属塩が、脂肪酸亜鉛または脂肪酸カルシウムである請求項 1 又は 2 に記載の画像形成方法。

## 【請求項 4】

前記脂肪酸金属塩は体積基準におけるメジアン径 (D50) が、0.15 乃至 1.00  $\mu\text{m}$  である請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の画像形成方法。

## 【請求項 5】

前記脂肪酸金属塩は体積基準におけるメジアン径 (D50) が、0.30 乃至 0.75  $\mu\text{m}$  である請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の画像形成方法。

## 【請求項 6】

前記トナー粒子が、懸濁重合法により製造される請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の画像形成方法。

## 【請求項 7】

前記脂肪酸金属塩が、ステアリン酸亜鉛、ラウリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウム又はステアリン酸リチウムである請求項 1、2、4、5 及び 6 のいずれか 1 項に記載の画像形成方法。

## 【請求項 8】

前記脂肪酸金属塩が、ステアリン酸亜鉛又はステアリン酸カルシウムである請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項に記載の画像形成方法。

## 【請求項 9】

前記脂肪酸金属塩が、ステアリン酸亜鉛である請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の画像形成方法。

## 【請求項 10】

前記中間転写体が、中間転写ベルトである請求項 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載の画像形成方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、像担持体上に形成された潜像に現像剤を付着させて可視化する電子写真方式や静電記録方式などの複写機、プリンタ等の画像形成装置に使用される画像形成方法に関するものである。

## 【背景技術】

## 【0002】

複写機、プリンター、ファクシミリの受信装置などに用いられる電子写真技術は装置の発展とともに利用者からの要求も年々厳しくなっている。近年の動向では、多数枚印刷が可能であること、また、市場の拡大により使用される環境が広がったことから環境に依存しない安定した画像品質を提供する事が強く求められるようになっている。

## 【0003】

上記要求を満足させるためには、高耐久且つ高画質であるトナーが従来以上に必要とされ、前記課題を解決すべく数多く改良が行われている。

## 【0004】

例えば、トナー中に脂肪酸金属塩を含有させることで、クリーニング助剤や静電潜像担持体へのフィルミング防止剤として用いることが知られている。しかし、一方で脂肪酸金属塩がカブリや画像濃度の低下を引き起こす原因となり高画質化が得られずにいた。そこで、脂肪酸金属塩とチタン酸化合物を併用することで静電潜像担持体へのフィルミングおよび中抜けを良化させつつカブリを改善することが開示されている（例えば、特許文献 1）。

## 【0005】

また、ある貯蔵弹性率をもったトナー粒子の粒径或いは、トナー粒子の粒度分布と脂肪酸金属塩の粒径及び分布の関係を規定することで画質、カブリ及び静電潜像担持体へのフ

10

20

30

40

50

イルミングを改善することが開示されている（例えば、特許文献 2、3）。

【0006】

また、母体粒子との仕事関数の関係を規定した添加剤（アルミナ及び酸化チタン）と脂肪酸金属塩を含有することでカブリやトナー飛散及びトナー漏れを抑制するといったことが開示されている（例えば、特許文献 4）。

【0007】

さらには、脂肪酸金属塩をトナー粒子に被覆させ遊離率を抑えることで静電潜像担持体へのフィルミング防止剤としての役割を果たしつつ、画像安定性を向上させることが開示されている（例えば、特許文献 5）。

【0008】

また、ブラシクリーニングを備えた感光体の摩擦係数を規定した発明が開示されている（例えば、特許文献 6）。

【0009】

さらに、トナーの摩擦係数を規定した発明が開示されている（例えば、特許文献 7）。

【0010】

確かにこのような方策により、静電潜像担持体へのトナーのフィルミングの抑制をしつつ、カブリやトナー飛散、トナー漏れの低減が行えるようになり、高耐久性と高画質安定性が得られるようになった。しかし、本発明者らが鋭意検討した結果、特許文献 1 及び 2 に記載されているトナーにおいては、使用される脂肪酸金属塩の粒径が大きすぎることがわかった。初期のカブリには効果があるものの、多数枚印字を行うと帯電性の変化が大きくなりカブリが発生するという課題を有していることがわかった。特許文献 3 及び 4 に記載されているトナーにおいては、低温低湿、高温高湿という厳しい環境では印字枚数が多くなると帯電性の低下によるカブリの発生といった課題を有していることがわかった。

【0011】

また、特許文献 5 に記載のトナーにおいては、トナー粒子に脂肪酸金属塩を被覆させることが必要であり、被覆工程でトナー粒子に対し機械的ダメージが大きく現像スジが発生し易いという課題を有していることがわかった。

【0012】

特許文献 6 及び 7 に記載のトナーにおいては、静電潜像担持体へのトナーのフィルミングの抑制が行えるようになったが、中間転写体へのトナーのフィルミングや転写工程における画像弊害についてまだ課題を有していることがわかった。

【0013】

上記に記載した各々の課題に加え、いずれの対策においても、低温低湿環境下でのトナー担持体、トナー供給部材、中間転写体といった摺擦が大きく発生する部材へのトナー汚染という点ではいまだ課題を有していることがわかった。特に多数枚の印刷を行っていくと、前記部材へのトナーのフィルミングに起因した画像弊害が発生することがわかった。市場に要求されている、多数枚印刷においても、使用環境に依存せず安定した現像性、転写を得るためにには、依然として諸特性の改善を必要としているのが実状である。

【0014】

【特許文献 1】特開平 8 - 272132 号公報

【特許文献 2】特開平 9 - 311499 号公報

【特許文献 3】特開 2002 - 296829 号公報

【特許文献 4】特開 2007 - 148198 号公報

【特許文献 5】特開 2007 - 108622 号公報

【特許文献 6】特開 2004 - 233612 号公報

【特許文献 7】特開 2004 - 258625 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0015】

本発明は、上記状況を鑑み、高速、高画質、高耐久および高環境安定性を満足する画像

10

20

30

40

50

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】

【0016】

上記目的は以下の本発明によって達成される。

すなわち、本発明は、潜像担持体上にトナー像を形成する現像工程、該潜像担持体上のトナー像を中間転写体に転写する第1の転写工程、及び、該中間転写体上のトナー像を被転写材に転写する第2の転写工程をこの順に有する画像形成方法であって、

該中間転写体表面のユニバーサル硬度が、10乃至200 (N/mm<sup>2</sup>)であり、

該第1の転写工程において、該潜像担持体と該中間転写体との該潜像担持体の回転方向における接触幅が $1.0 \times 10^{-3}$ 乃至 $3.0 \times 10^{-2}$  (m) であり、10

該潜像担持体と該中間転写体との当接圧が1000乃至15000 (Pa)であり、

該トナーが、結着樹脂及び着色剤を含有するトナー粒子と、無機微粉体及び脂肪酸金属塩とを有し、

該トナー中の該脂肪酸金属塩の含有量が、該トナー粒子100質量部に対して0.02乃至0.50質量部であり、

該トナーからの該脂肪酸金属塩の遊離率が、1.0乃至25.0%であり、

該トナーと該中間転写体間での荷重0.5kgにおける動摩擦係数Aが、0.05乃至0.19である

ことを特徴とする画像形成方法である。

【発明の効果】

【0017】

本発明の好ましい様態によれば、高温の条件下プリンターを使用された場合においてもトナー劣化抑制に優れ、部材汚染抑制に優れた画像形成方法が得られる。

また、本発明の好ましい様態によれば、現像安定性や転写性に優れた画像形成方法が得られる。

【0018】

さらに本発明の好ましい様態によれば、中間転写体または被転写材搬送体上の耐摩擦性に優れた画像形成方法が得られる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0019】

本発明は、潜像担持体上にトナー像を形成する現像工程、次いで中間転写体に該トナー像を転写する第1の転写工程、さらに中間転写体上のトナー像を被転写材に転写する第2の転写工程を有する画像形成方法であって、

該中間転写体表面のユニバーサル硬度が10乃至200 (N/mm<sup>2</sup>)であり、

該第1の転写工程において、該潜像担持体と該中間転写体との接触幅(ニップ)が $1.0 \times 10^{-3}$ 乃至 $3.0 \times 10^{-2}$  (m) であり、該潜像担持体と該中間転写体との当接圧が200乃至20000 (Pa)であり、

該トナーは少なくとも結着樹脂、着色剤を含有するトナー粒子と無機微粉体と脂肪酸金属塩を有し、

該トナーは、該脂肪酸金属塩の遊離率が1.0%乃至25.0%であって、40

該トナーと該中間転写体間での荷重0.5kg (5444Pa)における動摩擦係数Aが0.05乃至0.19を満たすことを特徴とする。

【0020】

上記構成の本発明は転写工程における転写ニップを適正な幅とし、かつ転写圧を適正なものとした転写構成である。かつ、トナーと中間転写体の動摩擦係数を適正な値とするものである。

【0021】

具体的には下記に詳述する。

【0022】

本発明においては、まず中間転写体表面のユニバーサル硬度が10乃至200 (N/mm<sup>2</sup>)であり、50

$m^2$ ) であることが必要である。

【0023】

中間転写体表面のユニバーサル硬度が10未満であると、トナーへのストレスは軽減するが、高温環境下等では中間転写体表面が軟らかくなりすぎトナーや外添剤との付着力が高まり溜め込みやすくなるため、中間転写体汚れによる画像悪化が起こりやすくなる。

【0024】

逆に中間転写体表面のユニバーサル硬度が200を超えると、トナーへのストレスが高いため、中間転写体にスジ状の融着が発生し画像の均一性が悪化しやすくなる。

【0025】

本発明においては、該第1の転写工程において、該潜像担持体と該中間転写体との接触幅(ニップ)が $1.0 \times 10^{-3}$ 乃至 $3.0 \times 10^{-2}$ (m)であり、該潜像担持体と該中間転写体との当接圧が200乃至20000(Pa)であることが必要である。 10

【0026】

該潜像担持体と該中間転写体との接触幅(ニップ)が $3.0 \times 10^{-2}$ (m)超で、該潜像担持体と該中間転写体との当接圧が200(Pa)未満であると、トナーへのストレスは軽減する。一方、高温環境下等では接触面積が多くトナーや外添剤との接触域が拡がり、汚れによる画像悪化が懸念される。

【0027】

逆に該潜像担持体と該中間転写体との接触幅(ニップ)が $1.0 \times 10^{-3}$ (m)未満で、該潜像担持体と該中間転写体との当接圧が20000(Pa)を超えると、局所的にトナーへのストレスが高くなる。そして中間転写体にスジ状の融着が発生し画像の均一性が悪化しやすくなる。 20

【0028】

本発明における中間転写体に関しては、成形の容易性から熱可塑性樹脂を使用することが好ましい。本発明において用いられる熱可塑性樹脂としては、例えば、ポリエチレン(PE)、ポリプロピレン(PP)、ポリスチレン(PS)、アクリロニトリル-スチレン共重合体、アクリロニトリル-ブタジエン-スチレン共重合体(ABS)、スチレン-ブタジエン共重合体、ポリブタジエン、ポリイソブチレン、ポリアミド(PA)、ポリイミド(PI)、ポリアセタール(POM)、ポリブチレンテレフタレート(PBT)、ポリエチレンテレフタレート(PET)、ポリエチレンナフタレート(PEN)、ポリアリレート、ポリカーボネート(PC)、ポリフェニレンエーテル(PP-E)、ポリサルファン、ポリエーテルサルファン、ポリフェニレンサルファイド(PPS)、ポリエーテルエーテルケトン(PEEK)、ポリフッ化ビニリデン(PVDF)、エチレン-テトラフロロエチレン共重合体(ETFE)、テトラフルオロエチレン-パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体(PFA)、テトラフルオロエチレン-ヘキサフルオロプロピレン共重合体(FEP)、ポリフッ化ビニル、アクリル、アクリル酸アルキルエステル共重合体、ポリエーテルエステル共重合体、ポリエーテルアミド共重合体及びポリウレタン共重合体等が挙げられ、これらの中から選ばれる1種類あるいは2種類以上を組み合わせて使用することができる。ただし、その他公知の熱可塑性樹脂を使用することができ、上記の材料に限定されるものではない。 30

【0029】

本発明においては、トナーは、脂肪酸金属塩の遊離率が1.0%乃至25.0%であることが必要である。

【0030】

図2に示すような中間転写体を有する画像形成装置において中間転写体と静電潜像担持体との摺擦により、トナーへの機械的ダメージが大きく、中間転写体へのフィルミングが起こり易い。特にプロセススピードが高くなるほど、摺擦が大きくなりトナーへのダメージが顕著となる。さらに印字枚数が多くなるほどトナーの劣化が起こり中間転写体のフィルミングが発生する。中間転写体等にトナーのフィルミングが起きてしまうとフィルミング部分で帯電能差が生じ、画像上に転写濃淡ムラという画像弊害が発生してしまう。しか 50

し、従来の脂肪酸金属塩と比べ、本発明におけるそれは粒径が小さくある程度粒度分布が揃った脂肪酸金属塩を用いることで中間転写体のフィルミングを抑制し長期に渡って高画質な得られることが分かった。

【0031】

また、本発明では、トナー中の脂肪酸金属塩の遊離率が1.0%以上25.0%以下であることが必要である。遊離率が1.0%以上25.0%以下の範囲である場合、多数枚の印字後であってもトナー粒子表面に脂肪酸金属塩が一定量存在していることとなり、本発明の効果が持続して発揮される。遊離率が1.0%より小さい場合、脂肪酸金属塩がトナー粒子表面中に埋没する程、過剰な力で混合工程が行われたことを意味する。このような場合、添加時の脂肪酸金属塩の粒径が大きなものであったとしても機械的なストレスにより、粒径が小さくなってしまい中間転写体へのフィルミング抑制効果が得られ難くなる。また、トナー粒子へのストレスがかかっているためワックスの染み出しやトナー粒子の割れが発生し、高温高湿環境下でのカブリが発生し易くなる。逆に遊離率が25.0%を超える場合は、脂肪酸金属の遊離によるカブリが増大する。さらに、多数枚の印刷を行っていくと遊離した脂肪酸金属塩が消費されトナーが摺擦される際の滑剤としての効果が薄れていいくため中間転写体へのフィルミングが発生してしまう場合がある。遊離率のより好みの範囲としては2.0%以上20.0%以下であり、この範囲であるとさらに安定して高画質な画像が得られる。

【0032】

この方法による脂肪酸金属塩の遊離の定量化は、実際画像形成を行った時のトナー劣化における脂肪酸金属塩の遊離をシミュレーションしている。メッッシュにトナーを通過させることにより、付着状態が不十分で遊離しやすい脂肪酸金属塩は、メッッシュパス時に粉霧するか、又はメッッシュへの付着し減少する。これは画像形成を通してトナーが各摺擦域にて負荷を受け劣化することで脂肪酸金属塩が遊離することを模擬させている。篩前後の脂肪酸金属塩の強度に差分が少ない方が多数印字を行った場合においても脂肪酸金属塩の滑剤効果が発揮され本発明の効果であるフィルミングの抑制が得られる。但し、差分が小さ過ぎる場合は上述したとおり混合工程において過剰な力が加わりフィルミング抑制効果が得られる粒径よりも小さくなってしまっていることを示唆する。

【0033】

本発明における脂肪酸金属は、従来のものと比べ、粒径が小さく分布がある程度揃っているため、トナー粒子への付着がある程度容易に行うことが可能であるが、粒径を留めながら、本発明の遊離率の範囲内に収めるためには、混合工程条件（温度、回転時間等）の適正化を行う必要がある。

【0034】

脂肪酸金属塩の一例としては、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、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸リチウム、ラウリン酸亜鉛が例示される。

【0035】

本発明においては、トナーと中間転写体間での荷重0.5kg(5444Pa)における動摩擦係数Aが0.05乃至0.19であることが必要である。

【0036】

このことに関して、本発明者らは以下のように考えている。転写工程において、トナーに加わるストレスは単に転写工程のプロセス条件（転写圧やニップ幅）だけでは決まらず、トナー設計や中間転写体設計、加えてトナーと中間転写体の摩擦力が大きく関与し、この摩擦を制御することが重要であると考えられる。

【0037】

トナーと中間転写体間での荷重0.5kg(5444Pa)における動摩擦係数Aが0.19を超えると、トナーへのストレスが高いため、中間転写体における蓄熱が発生しやすくなり、中間転写体にスジ状の融着が発生し画像の均一性が悪化しやすくなる。

【0038】

10

20

30

40

50

Aが0.05未満であると、トナーへのストレスは軽減するが、高温環境下等では接触面積が多くトナーや外添剤との付着力が高まり溜め込みやすくなるため、汚れによる画像悪化が懸念される。また、トナーと中間転写体間の摩擦が低すぎるため色ずれや飛び散りが起こりやすくなる。

【0039】

本発明トナーは体積基準におけるメジアン径(D50)が0.15μm以上1.00μm以下である脂肪酸金属塩を有すると上述の効果が増し好ましい。このような微細な粒度分布の脂肪酸金属塩がトナーに含まれると、中間転写体と静電潜像担持体との間でトナーが摺擦される際、滑剤としての効果によりトナーへのダメージを軽減させフィルミングの抑制を促しているものと考える。また、微細で粒度分布がそろっていることからトナー中に均一に存在することが可能となり逆極性のトナーが軽減される。これにより従来の脂肪酸金属塩で発生していたカブリや画像安定性の低下を軽減することができ、長期にわたる高温高湿環境下においても安定した高画質な画像が得られる。

10

【0040】

本発明において、脂肪酸金属塩の体積基準におけるメジアン径(D50)が0.15μmより小さいと、粒径が小さいため、滑剤としての働きが低くなり、中間転写体等へのトナーのフィルミングの抑制効果が得られにくい傾向にある。

【0041】

逆に、1.00μmを超える場合は、脂肪酸金属塩がトナー粒子表面において偏って存在し易くなるため、トナー粒子中に帯電分布が生じて逆極性のトナーが増加する。そのため、高温高湿環境下において、脂肪酸金属塩に起因したカブリや画像安定性の低下が発生する場合がある。また、粒径が大きくなるとトナー中の遊離が発生し易くなる傾向にあり、多数枚の印字を行っていくと脂肪酸金属塩がトナーから遊離しフィルミングの抑制効果が薄れ中間転写体フィルミングによる画像弊害が発生する場合がある。

20

【0042】

メジアン径(D50)のより好ましい範囲としては0.30μm以上0.75μm以下であり、その範囲であると、より安定して本発明の効果が得られる。

【0043】

脂肪酸金属の添加量としては、トナー粒子100質量部に対し0.02質量部以上0.50質量部以下であることが好ましい。より好ましくは0.05質量部以上0.30質量部以下である。0.02質量部より少ないと本発明の効果が得られにくい場合がある。また、0.50質量部より多いと画像濃度の安定性が得られにくい傾向にある。

30

【0044】

本発明においてはトナーのフロー式粒子像測定装置で計測される平均円形度が0.940乃至0.990であると上述してきた効果が増し好ましい。

【0045】

0.940未満であると、トナーの転写残が多く中間転写体へのトナーのフィルミングが起こりやすい傾向となり、また帯電ローラー汚染やクリーニング部における融着が起こる場合がある。

40

【0046】

0.990を超えると円形度が高すぎ、通常の環境における耐久試験においては問題ないが、高温環境下における2万枚を超えるような耐久においてはトナー上の外添剤が劣化し画像弊害が起こる場合がある。

【0047】

本発明においてはトナーのフロー式粒子像測定装置で計測される平均円形度が0.960乃至0.990であることがさらに好ましい。

【0048】

本発明においては、ガラス面と中間転写体間での荷重0.5kg(5444Pa)における動摩擦係数Bが0.05乃至0.29であるとより好ましい。

【0049】

50

このことに関して、本発明者らは以下のように考えている。

【0050】

転写工程において、トナーに加わるストレスは単に転写工程のプロセス条件（転写圧やニップ幅）だけでは決まらず、中間転写体設計特に中間転写体自身の摩擦力が関与し、この摩擦を制御することが重要であると考えられる。

【0051】

ガラス面と中間転写体間での荷重0.5kg(5444Pa)における動摩擦係数Bが0.29を超えると、トナーが存在する画像部と存在しない非画像部で摩擦変動が大きくなり色ずれが起きやすい。画像の均一性が悪化しやすい傾向である。

【0052】

Bが0.05未満であると、トナーへのストレスは軽減するが、トナーが存在する画像部と存在しない非画像部で摩擦変動が大きくなり色ずれが起きやすい。また、トナーと中間転写体間の摩擦が低すぎるため色ずれや飛び散りが起こりやすくなる。

【0053】

本発明においては、脂肪酸金属塩を塗布したガラス面と中間転写体間での荷重0.5kg(5444Pa)における動摩擦係数Cが0.03乃至0.11であるとより好ましい。

【0054】

このことに関して、本発明者らは以下のように考えている。

【0055】

転写工程において、トナーに加わるストレスは単に転写工程のプロセス条件（転写圧やニップ幅）だけでは決まらず、脂肪酸金属塩設計特に脂肪酸金属塩と中間転写体間の摩擦力が関与し、この摩擦を制御することが重要であると考えられる。

【0056】

脂肪酸金属塩を塗布したガラス面と中間転写体間での荷重0.5kg(5444Pa)における動摩擦係数Cが0.11を超えると、通常の使用条件では問題は起こりにくいが。現像装置が多数枚の耐久を受けトナー劣化した状態で中間転写体を新品に交換した場合などではトナーに添加の脂肪酸金属塩が充分に行き渡らず、汚れによる画像弊害を起こす場合がある。

【0057】

本発明者らはこの現象を再現する方法として、脂肪酸金属塩を塗布したガラス面と新品の中間転写体との動摩擦係数を測定することで把握できる結論に至った。耐久が進んだ状態で中間転写体だけが新品に交換された場合は潜像担持体に若干の脂肪酸金属塩が存在している状態を模している。

【0058】

トナーへのストレスが高い傾向のため、中間転写体にスジ状の融着が発生する場合があり、画像の均一性が悪化しやすい傾向である。

【0059】

Cが0.03未満であると、トナーへのストレスは軽減するが、高温環境下等では接触面積が多くトナーや外添剤との付着力が高まり溜め込みやすくなるため、汚れによる画像悪化が懸念される。また、トナーと中間転写体間の摩擦が低すぎるため色ずれや飛び散りが起こりやすくなる。

【0060】

本発明のトナーを製造する方法は、懸濁重合法を用いて直接トナーを生成する方法；単量体には可溶で水溶性重合開始剤の存在下で直接重合させてトナー粒子を生成するソープフリー重合法に代表される乳化重合法によるトナー粒子の製造などが挙げられる。また、マイクロカプセル製法のような界面重合法、in situ重合法、コアセルベーション法などの製造も挙げられる。さらに、少なくとも1種以上の微粒子を凝集させ所望のトナーを得る界面会合法なども挙げられる。あるいは、粉碎法によって得られたトナーを、機械的衝撃力で球形化する方法などが挙げられる。

10

20

30

40

50

## 【0061】

中でも、小粒径のトナー粒子が容易に得られる懸濁重合方法が特に好ましい。トナー粒子の製造方法として懸濁重合を利用する場合には、以下の如き製造方法によって直接的にトナー粒子を製造することが可能である。

## 【0062】

単量体中に着色剤、重合開始剤、架橋剤、その他の添加剤を加え、ホモジナイザー、超音波分散機等によって均一に溶解又は分散せしめた単量体組成物を、分散安定剤を含有する水系媒体中に通常の攪拌機またはホモミキサー、ホモジナイザー等により分散せしめる。好ましくは単量体組成物の液滴が所望のトナー粒子のサイズを有するように攪拌速度・時間を調整し、造粒する。その後は、分散安定剤の作用により、粒子状態が維持され、且つ粒子の沈降が防止される程度の攪拌を行えば良い。重合温度は40以上、通常50乃至80(好ましくは55乃至70)の温度に設定して重合を行う。重合反応後半に昇温しても良く、必要に応じPH変更しても良い。本発明では、更に、トナーの定着時の臭いの原因となる未反応の重合性単量体、副生成物等を除去するために反応後半、又は、反応終了後に一部水系媒体を留去しても良い。反応終了後、生成したトナー粒子を洗浄・ろ過により収集し、乾燥する。

10

## 【0063】

以下に重合法トナーの材料に関して記載する。

## 【0064】

本発明のトナーを重合法で製造する際に用いられる重合性単量体としては、ラジカル重合が可能なビニル系重合性単量体が用いられる。該ビニル系重合性単量体としては、主に単官能性重合性単量体を使用する。単官能性重合性単量体としては、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、2,4-ジメチルスチレン、*p*-*n*-ブチルスチレン、*p*-*tert*-ブチルスチレン、*p*-*n*-ヘキシルスチレン、*p*-*n*-オクチルスチレン、*p*-*n*-ノニルスチレン、*p*-*n*-デシルスチレン、*p*-*n*-ドデシルスチレン、*p*-メトキシスチレン、*p*-フェニルスチレンの如きスチレン誘導体；メチルアクリレート、エチルアクリレート、*n*-プロピルアクリレート、*iso*-プロピルアクリレート、*n*-ブチルアクリレート、*iso*-ブチルアクリレート、*tert*-ブチルアクリレート、*n*-アミルアクリレート、*n*-ヘキシルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、*n*-オクチルアクリレート、*n*-ノニルアクリレート、シクロヘキシルアクリレート、ベンジルアクリレート、ジメチルフォスフェートエチルアクリレート、ジエチルフォスフェートエチルアクリレート、ジブチルフォスフェートエチルアクリレート、2-ベンゾイルオキシエチルアクリレートの如きアクリル系重合性単量体；メチルメタクリレート、エチルメタクリレート、*n*-プロピルメタクリレート、*iso*-プロピルメタクリレート、*n*-ブチルメタクリレート、*iso*-ブチルメタクリレート、*tert*-ブチルメタクリレート、*n*-アミルメタクリレート、*n*-ヘキシルメタクリレート、2-エチルヘキシルメタクリレート、*n*-オクチルメタクリレート、*n*-ノニルメタクリレート、ジエチルフォスフェートエチルメタクリレート、ジブチルフォスフェートエチルメタクリレートの如きメタクリル系重合性単量体；メチレン脂肪族モノカルボン酸エステル；酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、酪酸ビニル、安息香酸ビニル、ギ酸ビニルの如きビニルエステル；ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテルの如きビニルエーテル；ビニルメチルケトン、ビニルヘキシルケトン、ビニルイソプロピルケトンの如きビニルケトンが挙げられる。

20

30

ジメチルフォスフェートエチルアクリレート、ジエチルフォスフェートエチルアクリレート、ジブチルフォスフェートエチルアクリレート、2-ベンゾイルオキシエチルアクリレートの如きアクリル系重合性単量体；メチルメタクリレート、エチルメタクリレート、*n*-プロピルメタクリレート、*iso*-プロピルメタクリレート、*n*-ブチルメタクリレート、*iso*-ブチルメタクリレート、*tert*-ブチルメタクリレート、*n*-アミルメタクリレート、*n*-ヘキシルメタクリレート、2-エチルヘキシルメタクリレート、*n*-オクチルメタクリレート、*n*-ノニルメタクリレート、ジエチルフォスフェートエチルメタクリレート、ジブチルフォスフェートエチルメタクリレートの如きメタクリル系重合性単量体；メチレン脂肪族モノカルボン酸エステル；酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、酪酸ビニル、安息香酸ビニル、ギ酸ビニルの如きビニルエステル；ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテルの如きビニルエーテル；ビニルメチルケトン、ビニルヘキシルケトン、ビニルイソプロピルケトンの如きビニルケトンが挙げられる。

40

## 【0065】

本発明においては、上記した単官能性重合性単量体を単独或いは、2種以上組み合わせて使用する。

## 【0066】

本発明においては反応の補助として水溶性開始剤を併用しても良い。例として過硫酸アンモニウム、過硫酸カリウム、2,2'-アゾビス( *N*, *N*'-ジメチレンイソブチロア

50

ミジン) 塩酸塩、2,2'-アゾビス(2-アミノジノプロパン) 塩酸塩、アゾビス(イソブチルアミジン) 塩酸塩、2,2'-アゾビスイソブチロニトリルスルホン酸ナトリウム、硫酸第一鉄又は過酸化水素が挙げられる。

【0067】

重合性单量体の重合度を制御する為に、連鎖移動剤、重合禁止剤等を更に添加し用いることも可能である。

【0068】

分散安定剤としては、リン酸三カルシウム、リン酸マグネシウム、リン酸アルミニウム、リン酸亜鉛、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、水酸化カルシウム、水酸化マグネシウム、水酸化アルミニウム、メタケイ酸カルシウム、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、ベントナイト、シリカ、アルミナ、ヒドロキシアバタイト等が挙げられる。通常单量体組成物100質量部に対して水300乃至3000質量部を分散媒体として使用するのが好ましい。

10

【0069】

有機系化合物としては例えばポリビニルアルコール、ゼラチン、メチセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、エチルセルロース、カルボキシメチルセルロースのナトリウム塩、デンプン等が使用される。これら分散剤は、重合性单量体100質量部に対して0.2乃至2.0質量部を使用することが好ましい。

【0070】

その他好ましく用いられる分散安定剤としては、硫酸、炭酸、磷酸、ピロ磷酸、ポリ磷酸の難水溶性金属塩があり、これらは分散媒中で高速攪拌下において酸アルカリ金属塩とハロゲン化金属塩との反応によって調製されることが好ましい。

20

【0071】

これら分散剤の微細化のため0.001乃至0.1質量部の界面活性剤を併用しても良い。具体的には市販のノニオン、アニオン、カチオン型の界面活性剤が利用できる。例えばドデシル硫酸ナトリウム、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、ラウリル酸ナトリウム、ステアリン酸カリウム、オレイン酸カルシウム等が好ましく用いられる。

【0072】

本発明において縮合系化合物を用いる場合、例えば、ポリエステル、ポリカーボネート、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、ポリアミド、セルロースなどが挙げられる。より好ましくは材料の多様性からポリエステルが望まれる。

30

【0073】

本発明において用いられるワックスとしては、パラフィンワックス、ポリオレフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、フィッシャートロピッシュワックスの如きポリメチレンワックス、アミドワックス、ケトンワックス、高級脂肪酸、長鎖アルコール、エステルワックス及びこれらのグラフト化合物、ブロック化合物の如き誘導体が挙げられる。

【0074】

好ましく用いられるワックスとしては、炭素数15乃至100個の直鎖状のアルキルアルコール、直鎖状脂肪酸、直鎖状酸アミド、直鎖状エステルあるいは、モンタン系誘導体が挙げられる。これらワックスから液状脂肪酸の如き不純物を予め除去してあるものも好ましい。

40

【0075】

さらに、好ましく用いられるワックスは、アルキレンを高圧下でラジカル重合あるいは低圧下でチーグラー触媒又は、その他の触媒を用いて重合した低分子量のアルキレンポリマー；高分子量のアルキレンポリマーを熱分解して得られるアルキレンポリマー；アルキレンを重合する際に副生する低分子量アルキレンポリマーを分離精製したもの、；一酸化炭素及び水素からなる合成ガスからアーゲ法により得られる炭化水素ポリマーの蒸留残分から、あるいは、蒸留残分を水素添加して得られる合成炭化水素から、特定の成分を抽出

50

分別したポリメチレンワックスが挙げられる。これらワックスには酸化防止剤が添加されていてもよい。トナー内の含有量としてはワックスを6乃至15質量%含有している事が好ましい。

【0076】

本発明に用いられる着色剤は、カーボンブラックあるいは以下に示したような公知のイエロー／マゼンタ／シアン着色剤が利用される。

【0077】

イエロー着色剤としては、縮合アゾ化合物、イソインドリノン化合物、アンスラキノン化合物、アゾ金属錯体、メチン化合物、アリルアミド化合物に代表される化合物が用いられる。具体的には、C.I.ピグメントイエロー-12、13、14、15、17、62、  
10  
74、83、93、94、95、109、110、111、128、129、147、151、154、155、168、180等が好適に用いられる。

【0078】

マゼンタ着色剤としては、縮合アゾ化合物、ジケトピロロピロール化合物、アントラキノン、キナクリドン化合物、塩基染料レーキ化合物、ナフトール化合物、ベンズイミダゾロン化合物、チオインジゴ化合物、ペリレン化合物が用いられる。具体的には、C.I.ピグメントレッド2、3、5、6、7、23、48；2、48；3、48；4、57；1、81；1、122、146、166、150、169、177、184、185、202、206、220、221、254が特に好ましい。

【0079】

本発明に用いられるシアン着色剤としては、銅フタロシアニン化合物及びその誘導体、アントラキノン化合物、塩基染料レーキ化合物等が利用できる。具体的には、C.I.ピグメントブルー1、7、15、15：1、15：2、15：3、15：4、60、62、66等が特に好適に利用される。

【0080】

これらの着色剤は、単独又は混合し更には固溶体の状態で用いることができる。本発明の着色剤は、色相角、彩度、明度、耐侯性、OHP透明性、トナー中への分散性の点から選択される。該着色剤の添加量は、樹脂100質量部に対し1乃至20質量部添加して用いられる。

【0081】

本発明に使用できるトナーの添加剤としては、オイル処理されたシリカ、チタニア等の無機微粒子が好適に用いられる。その他、酸化ジルコニウム、酸化マグネシウムの如き酸化物の他に、炭化ケイ素、チッ化ケイ素、チッ化ホウ素、チッ化アルミニウム、炭酸マグネシウム、有機ケイ素化合物などを併用することが可能である。

【0082】

シリカは、出発材料あるいは温度等の酸化の条件により、ある程度任意に、一次粒子の合一をコントロールできる点で好ましい。例えば、かかるシリカは硅素ハロゲン化合物やアルコキシドの蒸気相酸化により生成されたいわゆる乾式法またはヒュームドシリカと称される乾式シリカ及びアルコキシド、水ガラス等から製造されるいわゆる湿式シリカの両者が使用可能である。表面及びシリカ微粉体の内部にあるシラノール基が少なく、また $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{SO}_3^{2-}$ の如き製造残滓の少ない乾式シリカの方が好ましい。また乾式シリカにおいては、製造工程において例えば、塩化アルミニウム、塩化チタン等他の金属ハロゲン化合物を硅素ハロゲン化合物と共に用いることによって、シリカと他の金属酸化物の複合微粉体を得ることも可能でありそれらも包含する。

【0083】

更に、上記シリカは疎水化処理されていることが、トナーの帯電量の温度や湿度の如き環境依存性を少なくするため及びトナー表面からの過剰な遊離を防止するために良い。この疎水化処理剤としては、例えばシランカップリング剤、チタンカップリング剤、アルミニウムカップリング剤の如きカップリング剤が挙げられる。特にシランカップリング剤が、無機酸化物微粒子上の残存基あるいは吸着水と反応し均一な処理が達成され、トナーの

10

20

30

40

50

帶電の安定化、流動性付与の点で好ましい。

【0084】

シランカップリング剤は、下記一般式

$R_m Si Y_n$

$R$  : アルコキシ基

$m$  : 1 ~ 3 の整数

$Y$  : アルキル基

ビニル基、グリシドキシ基、メタクリル基を含む炭化水素基

$n$  : 1 ~ 3 の整数

で表されるものであり、例えばビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、 10

- メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、ビニルトリアセトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、イソブチルトリメトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、トリメチルメトキシシラン、ヒドロキシプロピルトリメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、n-ヘキサデシルトリメトキシシラン、n-オクタデシルトリメトキシシラン等を挙げることができる。

より好ましくは、 $C_a H_{2a+1} - Si (OC_b H_{2b+1})_3$  (式中、 $a = 4 ~ 12$ 、 $b = 1 ~ 3$ ) である。

【0085】

ここで、一般式における  $a$  が 4 より小さないと、処理は容易となるが疎水性が十分に達成できない。また  $a$  が 12 より大きいと疎水性は十分になるが、粒子同士の合一が多くなり、流動性付与能が低下してしまう。 20

【0086】

$b$  は 3 より大きいと反応性が低下して疎水化が十分に行われなくなってしまう。したがって上記一般式における  $a$  は 4 ~ 12、好ましくは 4 ~ 8、 $b$  は 1 ~ 3、好ましくは 1 ~ 2 が良い。

【0087】

シリカのオイル処理に関しては、未処理のシリカに直接オイルで処理しても構わないが、上記疎水化処理をしたシリカにさらにオイル処理をすることが、帶電安定性の観点からより好ましい。オイルとしては、ジメチルポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン、パラフィン、ミネラルオイル等が使用できるが、なかでも環境安定性に優れたジメチルポリシロキサンが好適である。 30

【0088】

処理に用いるオイル量は、シリカ微粒子母体 100 質量部に対して 2 質量部乃至 40 質量部までが適量であるが、本発明においては 15 質量部乃至 30 質量部であると効果が得られやすい。

【0089】

本発明のトナーにおいては、実質的な悪影響を与えない範囲内で更に他の添加剤、例えばポリフッ化ホウ素粉末、ポリフッ化ビニリデン粉末の如き滑剤粉末；酸化セリウム粉末、炭化硅素粉末、チタン酸ストロンチウム粉末の如き研磨剤、酸化アルミニウム粉末の如きケーリング防止剤、あるいは例えばカーボンブラック粉末、酸化亜鉛粉末、酸化スズ粉末の如き導電性付与剤、また、逆極性の有機微粒子及び無機微粒子を現像性向上剤として少量用いることもできる。 40

【0090】

次に、本発明の画像形成方法及び、該方法を実施する画像形成装置ならびにプロセスカラートリッジに関して説明する。

【0091】

本発明が適用可能な画像形成方法を添付図面を参照しながら以下に説明する。

【0092】

(非磁性一成分画像形成装置)

(1) 画像形成装置例

図2は本発明に従う画像形成装置の一例の概略構成図である。本例の画像形成装置は、複数の画像担持体（潜像担持体）である感光ドラムを上下に並べて配置したタンデム型で、中間転写ベルト方式の電子写真カラー（多色画像）プリンタである。

【0093】

P Y · P M · P C · P B k はそれぞれイエロー（Y）・マゼンタ（M）・シアン（C）・ブラック（B k）の各色のトナー画像を形成する第1～第4の4つの画像形成部（画像形成ユニット）であり、画像形成装置本体内に下から上に順に並列配置されている。

【0094】

これらの第1～第4の4つの画像形成部 P Y · P M · P C · P B k は互いに形成するトナー画像の色が上記のように異なる他は、同一の構成・電子写真作像機能を有している。すなわち、第1～第4の各画像形成部はそれぞれ、第1の画像担持体としてのドラム型の電子写真感光体（感光ドラム）1、一次帯電手段としての帯電ローラ2、露光手段としてのレーザー照射装置3、現像手段としてのトナー現像装置4、一次転写手段としての一次転写ローラ5、クリーニング手段としてのブレードクリーニング装置6等からなる。第1～第4の各画像形成部のトナー現像装置4に収容させている現像剤はそれぞれイエロートナー、シアントナー、マゼンタトナー、ブラックトナーである。各色のトナーは後述する。

10

【0095】

本実施例の画像形成装置は、第1～第4の各画像形成部 P Y · P M · P C · P B k において、それぞれ、感光ドラム1、帯電ローラ2、現像装置4、ブレードクリーニング装置6の4つのプロセス機器を一括して画像形成装置本体に対して着脱交換自在のプロセスユニット（プロセスカートリッジ）としてある。

20

【0096】

13は第2の画像担持体としてのエンドレスベルト状の中間転写ベルトであり、上記の第1～第4の4つの画像形成部 P Y · P M · P C · P B k の感光ドラム1側（プリンタ前面側）においてこの4つの画像形成部の全体部に亘らせて、不図示の複数の支持ローラ間に懸回張設させて縦方向に配設してある。第1～第4の各画像形成部において、一次転写ローラ5はそれぞれこの中間転写ベルト13を介して感光ドラム1に圧接させてある。各感光ドラム1と中間転写ベルト13との接触部が一次転写部である。

30

【0097】

第1～第4の各画像形成部 P Y · P M · P C · P B k において、正回転駆動された各感光ドラム1はその回転過程でそれぞれ不図示の電源回路から帯電バイアスが印加される帯電ローラ2により所定の極性及び電位に一様に一次帯電処理される。その帯電処理面に対して LEDアレイ装置3によりそれぞれフルカラー画像の色分解成分像である、イエロー、マゼンタ、シアン、ブラックの各画像パターンにしたがった光像露光 L Y · L M · L C · L B k がなされる。そして各感光ドラム1上に画像情報の静電潜像が形成される。その静電潜像がそれぞれ現像装置4によってトナー画像として現像される。第1～第4の4つの画像形成部 P Y · P M · P C · P B k の各感光ドラム1の面にそれぞれ電子写真プロセスによりフルカラー画像の色分解成分像である、イエロー、マゼンタ、シアン、ブラックの色トナー画像が所定のシーケンス制御タイミングにて形成される。

40

【0098】

そして、第1～第4の各画像形成部 P Y · P M · P C · P B k において、各感光ドラム1の面に形成されるイエロー、マゼンタ、シアン、ブラックの色トナー画像が、各感光ドラム1の正回転方向に順方向の矢印の時計方向に感光ドラム1と略同速で回転駆動される中間転写ベルト13の面に対して、第1～第4の各画像形成部 P Y · P M · P C · P B k の一次転写部において一次転写ローラに不図示の電源回路から印加される一次転写バイアスによって順次に重畠転写される。これにより回転駆動される中間転写ベルト13の面に未定着のフルカラートナー画像（鏡像）が合成形成される。

【0099】

第1～第4の各画像形成部 P Y · P M · P C · P B k において、中間転写ベルト13に

50

対するトナー画像の一次転写後に各感光ドラム 1 上に残った転写残トナーはブレードクリーニング装置 6 のクリーニングブレードによって除かれて、該装置 6 内の貯留部 6 b に貯留される。

【 0 1 0 0 】

15 は 2 次転写ローラである。対向ローラは中間転写ベルト 13 の下端側において中間転写ベルトの内側に配設してあり、2 次転写ローラ 15 は対向ローラとの間に中間転写ベルト 13 を挟ませて該中間転写ベルト 13 の外面に当接させて配設してある。2 次転写ローラ 15 と中間転写ベルト 13 との接触部が二次転写部である。

【 0 1 0 1 】

20 は画像形成装置本体の下部に配設した給紙力セットであり、最終記録媒体としての転写材を積載収容させてある。所定のシーケンス制御タイミングにて搬送手段（ピックアップローラ）14 を駆動させて給紙力セット 20 内の転写材 P を 1 枚分離給紙させ、所定のタイミングにて二次転写部に給送する。中間転写ベルト 13 上に合成形成された未定着のフルカラートナー画像は、この二次転写部において二次転写ローラ 15 に不図示の電源回路から印加される二次転写バイアスによって転写材 P の面に一括転写されていく。

【 0 1 0 2 】

二次転写部を通過した転写材は、中間転写ベルト 13 の面から分離されて搬送ベルト 18 によって定着装置 7 に送られる。

【 0 1 0 3 】

中間転写ベルト 13 上に残った転写残トナーはブレードクリーニング装置 16 のクリーニングブレードによって除かれ、廃トナーボックス 17 に送られて貯留される。

【 0 1 0 4 】

定着装置 7 に送られた転写材上の未定着のフルカラートナー画像は定着装置 7 により熱および圧を加えられて転写材に溶融固着され、シートパスを通って画像形成装置本体の上面に配設した排紙トレイ 19 上にカラー画像形成物として排出される。

【 0 1 0 5 】

尚、中間転写ベルト 13 の構成としては、厚さ 100  $\mu$ m、体積抵抗率  $10^{10}$  cm の物性のものを用いている。

【 0 1 0 6 】

2 次転写対向ローラは、A1 芯金にカーボンを導電剤として分散した抵抗  $10^4$  、肉厚 1.5 mm の E P D M ゴムを被覆した 25 のものを用いている。

【 0 1 0 7 】

本発明における脂肪酸金属塩及びトナーの物性については、下記の方法を用いて測定を行った。

【 0 1 0 8 】

< 脂肪酸金属塩のメジアン径 (D50) の測定 >

本発明で用いられる脂肪酸金属塩の体積基準のメジアン径 (D50) の測定は、J I S Z 8825-1 (2001年) に準じて測定されるが、具体的には以下の通りである。

【 0 1 0 9 】

測定装置としては、レーザー回折・散乱式粒度分布測定装置「LA-920」（堀場製作所社製）を用いる。測定条件の設定および測定データの解析は、LA-920 に付属の専用ソフト「HORIBA LA-920 for Windows (登録商標) W E T (LA-920) Ver. 2.02」を用いる。また、測定溶媒としては、予め不純固体物などを除去したイオン交換水を用いる。

【 0 1 1 0 】

測定手順は、以下の通りである。

【 0 1 1 1 】

(1) バッチ式セルホルダーを LA-920 に取り付ける。

【 0 1 1 2 】

(2) 所定量のイオン交換水をバッチ式セルに入れ、バッチ式セルをバッチ式セルホル

10

20

50

ダーにセットする。

【0113】

(3) 専用のスターラーチップを用いて、バッヂ式セル内を攪拌する。

【0114】

(4) 「表示条件設定」画面の「屈折率」ボタンを押し、ファイル「110A000I」(相対屈折率1.10)を選択する。

【0115】

(5) 「表示条件設定」画面において、粒子径基準を体積基準とする。

【0116】

(6) 1時間以上の暖気運転を行なった後、光軸の調整、光軸の微調整、プランク測定を行なう。 10

【0117】

(7) ガラス製の100ml平底ビーカーに約60mlのイオン交換水を入れる。この中に分散剤として、「コンタミノンN」(非イオン界面活性剤、陰イオン界面活性剤、有機ビルダーからなるpH7の精密測定器洗浄用中性洗剤の10質量%水溶液、和光純薬工業社製)をイオン交換水で約3質量倍に希釈した希釈液を約0.3ml加える。

【0118】

(8) 発振周波数50kHzの発振器2個を、位相を180度ずらした状態で内蔵し、電気的出力120Wの超音波分散器「Ultrasonic Dispersion System Tetora150」(日科機バイオス社製)を準備する。超音波分散器の水槽内に約3.3lのイオン交換水を入れ、この水槽中にコンタミノンNを約2ml添加する。 20

【0119】

(9) 前記(7)のビーカーを前記超音波分散器のビーカー固定穴にセットし、超音波分散器を作動させる。そして、ビーカー内の水溶液の液面の共振状態が最大となるようにビーカーの高さ位置を調整する。

【0120】

(10) 前記(9)のビーカー内の水溶液に超音波を照射した状態で、約1mgの脂肪酸金属塩を少量ずつ前記ビーカー内の水溶液に添加し、分散させる。そして、さらに60秒間超音波分散処理を継続する。尚、この際に脂肪酸金属塩が固まりとなって液面に浮く場合があるが、その場合はビーカーを振り動かすことで固まりを水中に沈めてから60秒間の超音波分散を行なう。また、超音波分散にあたっては、水槽の水温が10以上40以下となる様に適宜調節する。 30

【0121】

(11) 前記(10)で調製した脂肪酸金属塩が分散した水溶液を、気泡が入らないように注意しながら直ちにバッヂ式セルに少量ずつ添加して、タンゲステンランプの透過率が90%乃至95%となるように調整する。そして、粒度分布の測定を行う。得られた体積基準の粒度分布のデータを元に、メジアン径(D50)を求める。

【0122】

<脂肪酸金属塩の遊離率> 40  
本発明におけるトナー中の脂肪酸金属塩の遊離率は、デジタル振動計(デジバイプロMODEL 1332)を有するパウダーテスター(細川ミクロン社製)と、蛍光X線分析装置Axios(PANalytical製)及び測定条件設定及び測定データ解析をするための付属の専用ソフト「SuperQ ver.4.0F」(PANalytical社製)を用いて蛍光X線の強度差により脂肪酸金属塩の遊離率を求めた。

【0123】

具体的な測定法としては、パウダーテスターの振動台に目開き25μm(635メッシュ)篩をセットする。この目開き25μm(635メッシュ)篩上に正確に秤量した試料5gを加え、デジタル振動計の振幅が約0.60mmになるように調整し、約2分間振動を加える。上記作業を更に2回繰り返し、試料を25μm(635メッシュ)篩に計3回 50

とおす。次に、得られた試料を直径 40 mm のアルミリングに約 4 g 載せ、プレス機にて 150 kN で圧縮しサンプルを作成する。得られたサンプルを蛍光 X 線分析装置 (Axios) で測定した。尚、X 線管球のアノードとしては Rh を用い、測定雰囲気は真空、測定径 (コリメーターマスク径) は 27 mm、測定時間 10 秒とする。また、軽元素を測定する場合にはプロポーショナルカウンタ (PC)、重元素を測定する場合にはシンチレーションカウンタ (SC) で検出する。

## 【0124】

脂肪酸金属塩の遊離率は、篩前後の脂肪酸金属塩の金属元素の K 線ネット強度 (KCPs) を測定して、下記式より求めた。

$$\{(\text{篩前のトナーにおける脂肪酸金属塩の金属元素の K 線ネット強度}) - (\text{篩を通過したトナーにおける脂肪酸金属塩の金属元素の K 線ネット強度})\} / (\text{篩前のトナーにおける脂肪酸金属塩の金属元素の K 線ネット強度})$$

## 【0125】

<トナー平均円形度>

フロー式粒子像測定装置「FPIA-2100型」(東亜医用電子社製)を用いて測定を行い、下式を用いて算出した。

## 【0126】

## 【数1】

$$\text{円相当径} = (\text{粒子投影面積} / \pi)^{1/2} \times 2$$

$$\text{円形度} = \frac{\text{粒子投影面積と同じ面積の円の周囲長}}{\text{粒子投影像の周囲長}}$$

## 【0127】

ここで、「粒子投影面積」とは二値化されたトナー粒子像の面積であり、「粒子投影像の周囲長」とは該トナー粒子像のエッジ点を結んで得られる輪郭線の長さと定義する。円形度はトナー粒子の凹凸の度合いを示す指標であり、トナー粒子が完全な球形の場合には 1.000 を示し、表面形状が複雑になる程、円形度は小さな値となる。

## 【0128】

具体的な測定方法としては、まず、容器中に予め不純固体物などを除去したイオン交換水 10 ml を用意する。その中に分散剤として界面活性剤 (アルキルベンゼンスルホン酸塩) を加えた後、更に測定試料を 0.02 g 加え、均一に分散させた。分散させる手段としては、超音波分散機「Tetora 150型」(日科機バイオス社製) を用い、2 分間分散処理を行い、測定用の分散液とした。その際、該分散液の温度が 40 以上とならない様に適宜冷却する。また、円形度のバラツキを抑えるため、フロー式粒子像分析装置 FPIA-2100 の機内温度が 26 ~ 27 になるよう装置の設置環境を 23 ± 0.5

にコントロールする。一定時間おきに、好ましくは 2 時間おきに 2 μm ラテックス粒子を用いて自動焦点調整を行った。

## 【0129】

トナーの円形度測定には、前記フロー式粒子像測定装置を用い、測定時のトナー濃度が 3000 ~ 1 万個 / μl となる様に該分散液濃度を再調整し、トナーを 1000 個以上計測する。計測後、このデータを用いて、円相当径 2 μm 未満のデータをカットして、トナーの平均円形度を求めた。

## 【0130】

<中間転写体とトナーの動摩擦係数 A の測定方法>

新東科学製表面性測定機 HEDON-14DR のサンプル移動装置を用いることにより中間転写体とトナーの動摩擦係数 A の測定を行う。中間転写ベルトサンプル支持部材 (30 mm × 30 mm 平面圧子) であり、幅 30 mm の中間転写ベルトサンプルを支持できるようになっている。中間転写ベルトサンプルは、中間転写ベルトサンプル支持部材に貼り付けるか、又は巻きつけることにより固定されている。測定時には、受皿の上に任意の重さの分銅を載せることにより荷重をかけられる構成となっている。

10

20

30

40

50

## 【0131】

以下に測定方法を詳しく説明する。中間転写ベルトを幅30mmに切り取り中間転写ベルトサンプルとし、中間転写ベルトサンプル支持部材に貼り付けるか、又は巻きつけて固定する。

## 【0132】

一方、トナーはきれいに清掃した平面なガラス板上に均一に乗せた後、ガラス板を90度傾け余剰なトナーを除くことで薄いトナー層を形成する。

## 【0133】

分銅を載せない状態で、バランサー・ウェイトの重さや取り付け位置を調整して支持棒が水平になるように調整する。

10

## 【0134】

受皿に500gの分銅を載せ、トナー層と中間転写ベルトサンプルを接触させ、支点を調整することにより、支持棒を水平に調整する。ロードセルの高さを調節し、支持棒と接続する。

## 【0135】

測定条件としては300mm/min.の速度で、100mmの測定を行う。

## 【0136】

ロードセルで測定された力F[N]と測定荷重である0.98[N]から動摩擦係数Aを計算する。測定値としては100mm測定間の最低値を使用する。

## 【0137】

20

計算式を以下に示す。

$$( \text{動摩擦係数 } A ) = F / 0.98$$

## 【0138】

測定雰囲気は23±1、60±5%RHとし、測定サンプルは予め同雰囲気下に8時間以上放置しておく。

## 【0139】

<中間転写体とガラス面の動摩擦係数BおよびCの測定方法>

新東科学製表面性測定機HEIDON-14DRのサンプル移動装置を用いることにより中間転写体とトナーの動摩擦係数BおよびCの測定を行う。中間転写ベルトサンプル支持部材(30mm×30mm平面圧子)であり、幅30mmの中間転写ベルトサンプルを支持できるようになっている。

30

## 【0140】

動摩擦係数Bはきれいに清掃した平面なガラス板上を上記動摩擦係数Aの測定方法と同様にして行う。

## 【0141】

動摩擦係数Cはきれいに清掃した平面なガラス板上に脂肪酸金属塩約0.1gを30mm×30mm範囲に均等に載せ、500gの重りを載せたシルボン紙を用いて測定範囲30mm×100mmを10往復こすりつける。最後に100gの重りを載せたシルボン紙で余分な脂肪酸金属塩を0.5往復(片道)で除去し、粉ダマが残らないようにする。その後、上記動摩擦係数A測定法と同様にして行う。

40

## 【0142】

<中間転写体と潜像担持体のニップ幅および当接圧力の測定方法>

中間転写体と潜像担持体の当接圧は、一次転写ローラの当接力F[N]と、中間転写体と潜像担持体が形成するニップ面積Sから計算される。以下にニップ面積の測定方法を示す。

## 【0143】

下の配合の塗料をビーズミルで1時間分散し、ニップ幅測定用シリコーンオイル(1)を作製する。

シリコーンオイル

9 質量部

(東レ・ダウコーニング・シリコーン社製SH28PA)

50

カーボンブラック

1 質量部

イソプロピルアルコール

90 質量部

上記で作製したシリコーンオイル(1)を中間転写ベルトへベーカーアプリケーターを用いて塗布する。この時の厚み設定は12.5 μmにする。塗布幅は少なくとも10mm以上は必要であり、塗布方向はニップの長手方向である。

## 【0144】

塗布後10分間風乾させ、イソプロピルアルコールを除去することで、ベルト表面にシリコーンオイル皮膜を作る。

## 【0145】

ベルト表面にシリコーンオイル皮膜を形成したベルトをシリコーンオイル皮膜に触れないようにカートリッジに組み付け、潜像担持体も組み付ける。潜像担持体は組み付け時に回転させないように取付ける。取り付けたのち、1分間放置させ潜像担持体を回転させないように取り外す。このことで、潜像担持体のニップ部分にはシリコーンオイルが付着する。

## 【0146】

潜像担持体に転写されたシリコーンオイルの幅を実体顕微鏡により測定した幅から潜像担持体の曲率を考慮補正してニップ幅を計算する。

## 【0147】

潜像担持体長手幅とニップ幅よりニップ面積Sが算出され、一次転写ローラの当接力Fから当接圧を算出できる。

## 【0148】

<中間転写ベルトのユニバーサル硬度の測定方法>

本発明の表面皮膜物性試験は、ドイツ・フィッシャー社製硬度計フィッシャースコープH100を用いて行った。測定においては、形状が四角錐で対面角度が136°に規定されているダイヤモンド圧子を使用する。設定荷重を段階的にかけて皮膜に押し込んでいったときの、荷重をかけた状態での押し込み深さを電気的に検出して読み取り、以下の式に計測値を入力することで、ユニバーサル硬度を算出する。

## 【0149】

## 【数2】

$$H_U = \frac{\text{試験荷重 (N)}}{\text{試験荷重下でのピッカース圧子の表面積 (mm}^2\text{)}} = \frac{F}{26.43h^2} \text{N/mm}^2$$

30

H<sub>U</sub> : ユニバーサル硬度 (N / mm<sup>2</sup>)  
 F : 試験荷重 (N)  
 h : 試験荷重下での押し込み深さ (mm)

## 【0150】

本発明においては電子写真感光体の押し込み深さは1 μmとし、中間転写ベルトの押し込み深さは10 μmとした。

## 【実施例】

## 【0151】

以下、本発明を実施例により具体的に説明するが、これは本発明をなんら限定するものではない。なお、以下の配合における部数は、特に説明のない場合は部である。

## 【0152】

<極性樹脂の合成例(1)>

下記原料を、温度計、攪拌器、リフラックスコンデンサー及び窒素ガス導入管を具備している四口フラスコに入れ、下記原料100部に対し0.5%の触媒量のシュウ酸チタン化合物を入れた。四口フラスコに窒素ガスを通し攪拌しながら徐々に昇温し、150°で10時間反応し、縮重合反応の後半200°に温度を上げ、減圧下で縮重合反応をすすめた。結果、重量平均分子量M<sub>w</sub>が11000の前駆ボリエステル樹脂(1)(酸価5mg KOH/g)を得た。

・一般式(1)であらわされるジオール成分

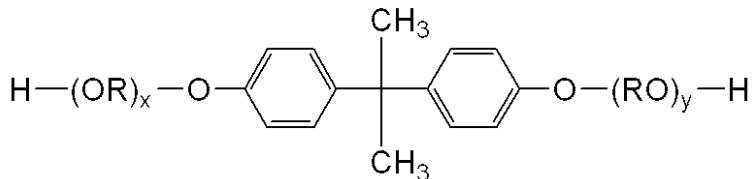
55 mol%

50

## 【0153】

## 【化1】

式(1)



(式中、Rはエチレン又はプロピレン基を表し、x, yはそれぞれ1以上の整数であり、かつx+yの平均値は2~10である。本実施例ではx+yの平均値は3である。) 10

- ・イソフタル酸 20 mol %
- ・テレフタル酸 25 mol %

その後、前駆ポリエステル樹脂(1)の100部を四口フラスコに入れ温度150℃に加熱する。無水トリメリット酸0.5部を加え、徐々に加熱して前駆ポリエステル樹脂(1)のポリマーの末端がトリメリット酸で変性された極性樹脂(1)を調製した。

## 【0154】

&lt;スチレン系樹脂(1)の製造&gt;

滴下ロート、リーピッヒ冷却管及び攪拌機を備えた反応機にキシレン800.0部を入れて140℃まで昇温した。これにスチレンモノマー100.0部及びn-ブチルアクリレート0.2部及びジ-tert-ブチルパーオキサイド12.0部の混合物を滴下ロートに仕込み、140℃のキシレンに2時間かけて滴下した。更にキシレン還流下(140~150℃)で溶液重合を完了して、キシレンを除去し、スチレン系樹脂(1)を得た。得られたスチレン系樹脂(1)の重量平均分子量(Mw)は3500で、Mw/Mnは1.15、ガラス転移点(Tg)は57℃であった。

## 【0155】

トナー粒子1の製造

(懸濁重合法)

65℃に加温したイオン交換水900部にリン酸三カルシウム3部を添加し、TK式ホモミキサー(特殊機化工業製)を用いて10,000 rpmにて攪拌し、水系媒体を得た。

## 【0156】

一方、

スチレン	80部
n-ブチルアクリレート	20部
極性樹脂(1)	10部
スチレン系樹脂(1)	10部
C. I. Pigment Blue 15:3を	10部

荷電制御剤:芳香族オキシカルボン酸A1化合物

(3,5-ジ-ターシャリーブチルサリチル酸の亜鉛化合物〔ボントロンE84:オリエント化学社製〕 2.0部

上記処方をアトライター(三井三池化工機(株))を用いて均一に分散混合した。この単量体組成物を65℃に加温し、

エステルワックス 10部  
(ベヘン酸ベヘニル:最大吸熱ピーク=70℃、Mw=690)

を添加混合溶解し、これに重合開始剤(t-ブチルパーオキシピバレート)5部を溶解した。

## 【0157】

前記水系媒体中に上記重合性単量体系を投入し、70℃、N<sub>2</sub>雰囲気下においてTK式ホモミキサーにて10,000 rpmで7分間攪拌し、造粒した。その後パドル攪拌翼で

搅拌しつつ、70℃で4時間反応させた。最後に液温を85℃とし更に3時間搅拌を続けた。室温(25℃)まで冷却された懸濁液に塩酸を加えて磷酸カルシウム塩を溶解し、濾過・水洗を行い、湿潤着色粒子を得た。次に、上記粒子を40℃にて12時間乾燥して重量平均粒径5.75μmのシアン着色粒子(1)を得た。

## 【0158】

## トナー粒子2の製造

トナー粒子(1)の製造方法に変えて、造粒後、70℃で4時間反応させた後に再びTK式ホモミキサーにて5000rpmで5分間搅拌を行い最後に液温を85℃とし更に3時間搅拌を続けた事以外は同様にしてシアン着色粒子(2)を得た。

## 【0159】

## トナー粒子3の製造

(懸濁造粒法)

(トナーバインダーの合成)

冷却管、搅拌機および窒素導入管の付いた反応槽中に、

ビスフェノールAエチレンオキサイド2モル付加物	660部
ビスフェノールAプロピレンオキサイド2モル付加物	100部
テレフタル酸	290部
ジブチルチノキサイド	2.5部

を入れ、常圧で220℃で12時間反応し、さらに10~15mmHgの減圧で6.5時間反応した後、190℃まで冷却して、これに32部の無水フタル酸を加えて2時間反応した。次いで、80℃まで冷却し、酢酸エチル中にイソフロンジイソシアネート180部と2時間反応を行いイソシアネート含有プレポリマー(1)を得た。

## 【0160】

次いで、プレポリマー(1)267部とイソホロンジアミン14部を50℃で2時間反応させ、重量平均分子量65000のウレア変性ポリエステル(1)を得た。

## 【0161】

上記と同様に、

ビスフェノールAエチレンオキサイド2モル付加物	624部
ビスフェノールAプロピレンオキサイド2モル付加物	100部
テレフタル酸	138部
イソフタル酸	138部

を常圧下、230℃で5時間重縮合し、次いで10~15mmHgの減圧で5.5時間反応して、ピーク分子量6300の変性されていないポリエステル(a)を得た。ウレア変性ポリエステル(1)250部と変性されていないポリエステル(a)750部とをテトラヒドロフラン溶剤2000部に溶解、混合し、トナーバインダー(1)のテトラヒドロフラン溶液を得た。

## 【0162】

前記トナーバインダー(1)のテトラヒドロフラン溶液	240部
C.I.PigmentBlue15:3顔料	4部

を入れ、55℃にてTK式ホモミキサーで12000rpmで搅拌し、均一に溶解、分散させた。ビーカー内にイオン交換水706部、ハイドロキシアパタイト10%懸濁液(日本化学工業(株)製スーパタイト10)294部、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム0.17部を入れ均一に溶解した。ついで55℃に昇温し、TK式ホモミキサーで12000rpmに搅拌しながら、上記トナー材料溶液を投入し10分間搅拌造粒した。ついでこの混合液を搅拌棒および温度計付のコルベンに移し、98℃まで昇温して溶剤を除去し、濾別、洗净、乾燥した後、風力分級し、トナー粒子3を得た。

## 【0163】

## トナー粒子4の製造

トナー粒子3の製造方法に変えて、造粒後、80℃で再びTK式ホモミキサーにて5000rpmで5分間搅拌を行った事以外は同様にしてシアン着色粒子(4)を得た。

10

20

30

40

50

## 【0164】

## トナー粒子5の製造

## (乳化凝集法)

下記乳化凝集法により、シアントナー粒子(5)を製造した。

## 【0165】

## 《樹脂粒子分散液1の調製》

・スチレン	90部	
・nブチルアクリレート	20部	
・アクリル酸	3部	
・ドデカンチオール	6部	10
・四臭化炭素	1部	

以上を混合し、溶解したものを、非イオン性界面活性剤(三洋化成(株)製:ノニポール400)1.5部及びアニオン性界面活性剤(第一工業製薬(株)製:ネオゲンSC)2.5部をイオン交換水140部に溶解したのに、フラスコ中で分散し、乳化する。10分間ゆっくりと混合しながら、これに過硫酸アンモニウム1部を溶解したイオン交換水10部を投入し、窒素置換を行った後、前記フラスコ内を攪拌しながら内容物が70になるまでオイルバスで加熱し、5時間そのまま乳化重合を継続した。こうして、平均粒径が0.17μm、ガラス転移点が57、重量平均分子量(Mw)が11,000である樹脂粒子を分散させてなる樹脂粒子分散液1を調製した。

## 【0166】

## 《樹脂粒子分散液2の調製》

・スチレン	75部	
・nブチルアクリレート	25部	
・アクリル酸	2部	
・ドデカンチオール		
・四臭化炭素		

以上を混合し、溶解したものを、非イオン性界面活性剤(三洋化成(株)製:ノニポール400)1.5部及びアニオン性界面活性剤(第一工業製薬(株)製:ネオゲンSC)3部をイオン交換水140部に溶解したのに、フラスコ中で分散し、乳化する。10分間ゆっくりと混合しながら、これに過硫酸アンモニウム0.8部を溶解したイオン交換水10部を投入し、窒素置換を行った後、前記フラスコ内を攪拌しながら内容物が70になるまでオイルバスで加熱し、5時間そのまま乳化重合を継続する。平均粒径が0.1μm、ガラス転移点が61、重量平均分子量(Mw)が550,000である樹脂粒子を分散させてなる樹脂粒子分散液2を調製した。

## 【0167】

## 《離型剤粒子分散液の調製》

・エステル系ワックス(融点65)	50部	
・アニオン性界面活性剤	5部	
(第一工業製薬(株)製:ネオゲンSC)		
・イオン交換水	200部	
以上を95に加熱して、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて分散した後、圧力吐出型ホモジナイザーで分散処理し、平均粒径が0.5μmである離型剤を分散させてなる離型剤粒子分散液を調製した。		40

## 【0168】

## 《着色剤粒子分散液1の調製》

・銅フタロシアニン	20部	
・アニオン性界面活性剤	2部	
(第一工業製薬(株)製:ネオゲンSC)		
・イオン交換水	78部	
以上を混合し、サンドグラインダーミルを用いて分散した。この着色剤粒子分散液1における粒度分布を、粒度測定装置(堀場製作所製、LA-700)を用いて測定したところ、含まれる着色剤粒子の平均粒径は、0.2μmであり、また1μmを超える粗大粒子		50

は観察されなかった。

【0169】

《帯電制御粒子分散液の調製》

・ジ - アルキル - サリチル酸の金属化合物	20部
(帯電制御剤、ボントロンE-88、オリエント化学工業社製)	
・アニオン性界面活性剤	2部
(第一工業製薬(株)製:ネオゲンSC)	
・イオン交換水	78部
以上を混合し、サンドグラインダーミルを用いて分散した。この帯電制御粒子分散液における粒度分布を、粒度測定装置(堀場製作所製、LA-700)を用いて測定したところ、含まれる帯電制御粒子の平均粒径は、0.2 μmであり、また1 μmを超える粗大粒子は観察されなかった。	10

【0170】

<混合液調製>

・樹脂粒子分散液1	250部
・樹脂粒子分散液2	110部
・着色剤粒子分散液1	50部
・離型剤粒子分散液	70部
以上を、攪拌装置、冷却管、温度計を装着した1リットルのセパラブルフラスコに投入し攪拌した。この混合液を1N-水酸化カリウムを用いてpH=5.2に調整した。	20

【0171】

<凝集粒子形成>

この混合液に凝集剤として、10%塩化ナトリウム水溶液150部を滴下し、加熱用オイルバス中でフラスコ内を攪拌しながら57まで加熱した。この温度の時、樹脂粒子分散液2の3部と帯電制御剤粒子分散液の10部を加えた。50で1時間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると平均粒径が約5.75 μmである凝集粒子(A)が形成されていることが確認された。

【0172】

<融着工程>

その後、ここにアニオン性界面活性剤(第一工業製薬(株)製:ネオゲンSC)3部を追加した後、ステンレス製フラスコを密閉し、磁力シールを用いて攪拌を継続しながら105まで加熱し、3時間保持した。そして、冷却後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、乾燥させることにより、シアントナー粒子(5)を得た。

【0173】

トナー粒子6の製造

(乾式法)

下記材料を予め混合物し、二軸エクストルーダーで溶融混練し、冷却した混練物をハンマーミルで粗粉碎し、得られた微粉碎物を分級してシアントナー粒子6を得た。

・結着樹脂	100部
[スチレン-n-ブチルアクリレート共重合樹脂(Mw=30,000、Tg=62)]	40
・スチレン系樹脂(1)	10部
・C.I.PigmentBlue15:3	5部
・ジ-ターシャリーブチルサリチル酸のアルミ化合物	3部
[オリエント化学工業社製:ボントロンE88]	
・パラフィンワックス	6.0部
(最大吸熱ピーク=64、Mw=650)	

【0174】

以下に、本発明で用いる脂肪酸金属塩の製造例について述べる。

【0175】

## &lt;脂肪酸金属塩1の製造&gt;

攪拌装置付きの受け容器を用意し、攪拌機を350 rpmで回転させた。この受け容器に0.5%ステアリン酸ナトリウム水溶液500部と投入し、液温を85に調整した。次に、この受け容器に0.2%硫酸亜鉛水溶液525部を、15分かけて滴下した。全量仕込み終了後、反応時の温度状態で11分間熟成し、反応を終結した。

## 【0176】

次に、このようにして得られた脂肪酸金属塩スラリーを濾過洗浄した。得られた洗浄後の脂肪酸金属塩ケーキを粗碎後、連続瞬間気流乾燥機を用いて110で乾燥した。その後、ナノグラインディングミル[NJ-300](サンレックス社製)にて風量6.0 m<sup>3</sup>/min、処理速度75 kg/hの条件で粉碎する。リストラリーして湿式遠心分級機を用いて微粒子、粗粒子の除去を行った後、連続瞬間気流乾燥機を用いて80で乾燥して脂肪酸金属塩1を得た。得られた脂肪酸金属塩1の体積基準におけるメジアン径(D50)は0.51 μmであった。

## 【0177】

## &lt;脂肪酸金属塩2の製造&gt;

脂肪酸金属塩1において、0.5%ステアリン酸ナトリウム水溶液を0.3%ステアリン酸ナトリウム水溶液に、0.2%硫酸亜鉛水溶液を0.15%硫酸亜鉛水溶液に変更した。また、8分間の熟成で反応を終結させた。以外は脂肪酸金属塩1と同様にして、脂肪酸金属塩2を得た。得られた脂肪酸金属塩2の体積基準におけるメジアン径(D50)は0.23 μmであった。

## 【0178】

## &lt;脂肪酸金属塩3の製造&gt;

脂肪酸金属塩1において、0.5%ステアリン酸ナトリウム水溶液を1.0%ステアリン酸ナトリウムに変更し、0.2%硫酸亜鉛水溶液を0.4%硫酸亜鉛水溶液に変更した。また、14分間の熟成で反応を終結させた。また、粉碎の条件を風量4.0 m<sup>3</sup>/minにした。それ以外の工程は脂肪酸金属塩1と同様にして、脂肪酸金属塩3を得た。得られた脂肪酸金属塩3の体積基準におけるメジアン径(D50)は0.71 μmであった。

## 【0179】

## &lt;脂肪酸金属塩4の製造&gt;

脂肪酸金属塩1において、0.5%ステアリン酸ナトリウム水溶液を0.9%ステアリン酸ナトリウムに変更し、0.2%硫酸亜鉛水溶液を0.3%硫酸亜鉛水溶液に変更した。また、12分間の熟成で反応を終結させた。また、粉碎の条件を風量5.0 m<sup>3</sup>/minにした。それ以外の工程は脂肪酸金属塩1と同様にして、脂肪酸金属塩4を得た。得られた脂肪酸金属塩4の体積基準におけるメジアン径(D50)は0.62 μmであった。

## 【0180】

## &lt;脂肪酸金属塩5の製造&gt;

脂肪酸金属塩1において、0.5%ステアリン酸ナトリウム水溶液を0.25%ステアリン酸ナトリウム水溶液に、0.2%硫酸亜鉛水溶液を0.15%硫酸亜鉛水溶液に、また、粉碎の条件を風量10.0 m<sup>3</sup>/minにし、粉碎工程を3回行うように変更した。得られた脂肪酸金属塩5の体積基準におけるメジアン径(D50)は0.19 μmであった。

## 【0181】

## &lt;脂肪酸金属塩6の製造&gt;

脂肪酸金属塩1において、0.5%ステアリン酸ナトリウム水溶液を0.5%ラウリン酸ナトリウムに変更した以外、脂肪酸金属塩1と同様にして、脂肪酸金属塩6を得た。得られた脂肪酸金属塩6の体積基準におけるメジアン径(D50)は0.51 μmであった。

## 【0182】

10

20

30

40

50

## &lt;脂肪酸金属塩7の製造&gt;

脂肪酸金属塩1において、0.5%ステアリン酸ナトリウム水溶液を0.7%ステアリン酸ナトリウムに変更し、0.2%硫酸亜鉛水溶液を0.5%塩化カルシウム水溶液に変更した。また、8分間の熟成で反応を終結させた。粉碎の条件を風量5.0m<sup>3</sup>/minに変更し粉碎後は風力式の分級機で微粗粉を取り除き、脂肪酸金属塩7を得た。得られた脂肪酸金属塩7の体積基準におけるメジアン径(D50)は0.51μmであった。

## 【0183】

## &lt;脂肪酸金属塩8の製造&gt;

脂肪酸金属塩1において、0.5%ステアリン酸ナトリウム水溶液を1.0%ステアリン酸ナトリウムに変更し、0.2%硫酸亜鉛水溶液を0.7%塩化カルシウム水溶液に変更した。また、16分間の熟成で反応を終結させた。粉碎の条件を風量4.0m<sup>3</sup>/minに変更し粉碎後は風力式の分級機で微粗粉を取り除き、脂肪酸金属塩8を得た。得られた脂肪酸金属塩8の体積基準におけるメジアン径(D50)は0.92μmであった。

## 【0184】

## &lt;脂肪酸金属塩9&gt;

市販されているステアリン酸亜鉛(MZ2 日本油脂社製)を脂肪酸金属塩9とする。体積基準におけるメジアン径(D50)は1.28μmであった。

## 【0185】

## &lt;脂肪酸金属塩10の製造&gt;

脂肪酸金属塩1において、0.2%硫酸亜鉛水溶液を1.0%塩化リチウム水溶液に変更し、20分間の熟成で反応を終結させた。それ以外は脂肪酸金属塩1と同様にして、脂肪酸金属塩10を得た。得られた脂肪酸金属塩10の体積基準におけるメジアン径(D50)は1.35μmであった。

## 【0186】

## &lt;脂肪酸金属塩11&gt;

市販されているステアリン酸亜鉛(SZ2000 堺化学工業社製)を脂肪酸金属塩11とする。体積基準におけるメジアン径(D50)は5.10μmであった。

## 【0187】

## &lt;トナー製造例1&gt;

トナー粒子1、100部に対し、脂肪酸金属塩1、0.15部及び日本アエロジル社製アエロジル130をヘキサメチルジシラザンで表面処理した疎水性シリカ微粉体1.8部(一次粒子径:16nm)をヘンシェルミキサーFM75J(三井鉱山社製)を用い、1800rpmの条件で120秒間混合工程を行う(高速混合工程1)。その後、100rpmの条件で120秒間混合工程を行う(低速工程1)。直ちに高速混合工程を再開し、120秒間の混合工程を行う(高速混合工程2)。その後、120秒間の低速工程を行う(低速工程2)。120秒経過後、直ちに高速混合を再開し、120秒間高速混合を継続した(高速混合工程3)。上記のように高速混合工程と低速工程を繰り返すことにより槽内の最高到達温度は約36度であった。このようにして得られたトナーをシアントナー1とする。得られたトナー1の物性を表1に示す。

## 【0188】

## &lt;トナー製造例2&gt;

トナー製造例1において、脂肪酸金属塩1を脂肪酸金属塩2に変更し、添加部数を0.15部から0.30部に変更し、高速混合条件を1800rpmから1900rpmとすること以外は同様にして、トナー2を得た。得られたトナー2の物性を表1に示す。

## 【0189】

## &lt;トナー製造例3&gt;

トナー製造例1において、脂肪酸金属塩1を脂肪酸金属塩3に変更し、添加部数を0.15部から0.45部に変更し、高速混合条件を1800rpmから1700rpmとすること以外は同様にして、トナー3を得た。得られたトナー3の物性を表1に示す。

## 【0190】

10

20

30

40

50

## &lt;トナー製造例4&gt;

トナー製造例1において、トナー粒子1をトナー粒子2に変更し、脂肪酸金属塩1を脂肪酸金属塩4に変更し、添加部数を0.15部から0.08部に変更すること以外は同様にして、トナー4を得た。得られたトナー4の物性を表1に示す。

## 【0191】

## &lt;トナー製造例5&gt;

トナー製造例1において、トナー粒子1をトナー粒子3に変更し、脂肪酸金属塩1を脂肪酸金属塩3に変更し、添加部数を0.15部から0.04部に変更すること以外は同様にして、トナー5を得た。得られたトナー5の物性を表1に示す。

## 【0192】

10

## &lt;トナー製造例6&gt;

トナー製造例1において、脂肪酸金属塩1を脂肪酸金属塩5に変更すること以外は同様にして、トナー6を得た。得られたトナー6の物性を表1に示す。

## 【0193】

## &lt;トナー製造例7&gt;

トナー製造例1において、脂肪酸金属塩1を脂肪酸金属塩6に変更すること以外は同様にして、トナー7を得た。得られたトナー7の物性を表1に示す。

## 【0194】

20

## &lt;トナー製造例8&gt;

トナー製造例1において、トナー粒子1をトナー粒子4に変更し、脂肪酸金属塩1を脂肪酸金属塩7に変更すること以外は同様にして、トナー8を得た。得られたトナー8の物性を表1に示す。

## 【0195】

## &lt;トナー製造例9&gt;

トナー製造例1において、トナー粒子1をトナー粒子6に変更し、脂肪酸金属塩1を脂肪酸金属塩6に変更すること以外は同様にして、トナー9を得た。得られたトナー9の物性を表1に示す。

## 【0196】

30

## &lt;トナー製造例10&gt;

トナー製造例1において、トナー粒子1をトナー粒子5に変更し、脂肪酸金属塩1を脂肪酸金属塩6に変更すること以外は同様にして、トナー10を得た。得られたトナー10の物性を表1に示す。

## 【0197】

## &lt;トナー製造例11&gt;

トナー製造例1において、トナー粒子1をトナー粒子4に変更し、脂肪酸金属塩1を脂肪酸金属塩7に変更し、添加部数を0.15部から0.01部に変更すること以外は同様にして、トナー11を得た。得られたトナー11の物性を表1に示す。

## 【0198】

40

## &lt;トナー製造例12&gt;

トナー製造例1において、トナー粒子1をトナー粒子4に変更し、脂肪酸金属塩1を脂肪酸金属塩7に変更し、添加部数を0.15部から0.70部に変更すること以外は同様にして、トナー12を得た。得られたトナー12の物性を表1に示す。

## 【0199】

## &lt;トナー製造例13&gt;

トナー製造例1において、トナー粒子1をトナー粒子4に変更し、脂肪酸金属塩1を脂肪酸金属塩8に変更し、添加部数を0.15部から0.01部に変更すること以外は同様にして、トナー13を得た。得られたトナー13の物性を表1に示す。

## 【0200】

50

## &lt;トナー製造例14&gt;

トナー製造例1において、トナー粒子1をトナー粒子4に変更し、脂肪酸金属塩1を脂

脂肪酸金属塩 9 に変更し、添加部数を 0.15 部から 0.01 部に変更すること以外は同様にして、トナー 14 を得た。得られたトナー 14 の物性を表 1 に示す。

【0201】

<トナー製造例 15>

トナー製造例 1 において、トナー粒子 1 をトナー粒子 4 に変更し、脂肪酸金属塩 1 を脂肪酸金属塩 10 に変更し、添加部数を 0.15 部から 0.01 部に変更すること以外は同様にして、トナー 15 を得た。得られたトナー 15 の物性を表 1 に示す。

【0202】

<トナー製造例 16>

トナー製造例 1 において、トナー粒子 1 をトナー粒子 4 に変更し、脂肪酸金属塩 1 を脂肪酸金属塩 9 に変更し、添加部数を 0.15 部から 0.01 部に変更した。高速混合条件を 1800 rpm から 2000 rpm とすること以外は同様にして、トナー 16 を得た。得られたトナー 16 の物性を表 1 に示す。

【0203】

<トナー製造例 17>

トナー製造例 1 において、トナー粒子 1 をトナー粒子 4 に変更し、脂肪酸金属塩 1 を脂肪酸金属塩 9 に変更し、添加部数を 0.15 部から 0.01 部に変更した。高速混合条件を 1800 rpm から 1600 rpm とすること以外は同様にして、トナー 17 を得た。得られたトナー 17 の物性を表 1 に示す。

【0204】

<トナーの製造例 24 乃至 26>

顔料を C.I. ピグメントブルー 15 : 3 に代えて C.I. ピグメントレッド 122 ; 10 部を使用した以外はトナー製造例 1 と同様にしてマゼンタトナー 1 を得た。また、カーボンブラック ; 10 部を使用した以外はトナー製造例 1 と同様にしてブラックトナー 1 を得た。C.I. ピグメントイエロー 155 ; 10 部を使用した以外はトナー製造例 1 と同様にしてイエロートナー 1 を得た。

【0205】

<比較例用トナー製造例 1>

トナー製造例 1 において、トナー粒子 1 をトナー粒子 6 に変更し、脂肪酸金属塩 1 を脂肪酸金属塩 11 に変更し、添加部数を 0.15 部から 0.05 部に変更すること以外は同様にして、トナー 18 を得た。得られたトナー 18 の物性を表 1 に示す。

【0206】

<比較例用トナー製造例 2>

トナー製造例 1 において、トナー粒子 1 をトナー粒子 6 に変更し、脂肪酸金属塩 1 を脂肪酸金属塩 11 に変更し、添加部数を 0.15 部から 0.01 部に変更した。高速混合条件を 1800 rpm から 2000 rpm とすること以外は同様にして、トナー 19 を得た。得られたトナー 19 の物性を表 1 に示す。

【0207】

<比較例用トナー製造例 3>

トナー製造例 1 において、トナー粒子 1 をトナー粒子 6 に変更し、脂肪酸金属塩 1 を脂肪酸金属塩 11 に変更し、添加部数を 0.15 部から 0.40 部に変更した。高速混合条件を 1800 rpm から 1500 rpm とすること以外は同様にして、トナー 20 を得た。得られたトナー 20 の物性を表 1 に示す。

【0208】

<実施例 1>

シアントナー 1 を用いて評価を行った。その結果、各項目において非常に良好な結果が得られた。評価結果を表 2 に示す。

【0209】

<実施例 2 乃至 12、参考例 13 乃至 21>

シアントナー 1 を表 1 に示すようなトナーに変更し、中間転写体を同様に表 1 に示すよ

10

20

30

40

50

うな転写体に変更して評価を行った。各評価項目はシアン現像器およびシアン画像にて行った。その結果、各項目において良好な結果が得られた。評価結果を表2及び3に示す。

【0210】

<実施例22>

得られたブラックトナー1、マゼンタトナー1、シアントナー1、イエロートナー1を用い、フルカラーモードでの評価を行った。単色での評価同様、全ての項目でA評価であった。

【0211】

<比較例1乃至8>

シアントナー1を表1に示すようなトナーに変更し、中間転写体を同様に表1に示すような転写体に変更して評価を行った。各評価項目はシアン現像器およびシアン画像にて行った。その結果、各項目において十分な結果が得られなかった。評価結果を表2及び3に示す。

10

【0212】

(画像評価)

画像形成装置としては図2に示す市販のレーザプリンタHP社製CLJ-3700(HP社製)のプロセススピードを200mm/秒に変えた改造機を用い、定着温度を任意の温度に設定できるようにした。さらに、一色のプロセスカートリッジだけの装着でも作動するよう改良した。

20

【0213】

図1に示す市販のCLJ-3700シアンカートリッジから中に入っているトナーを抜き取り、エアーブローにて内部を清掃する。その後上記試験トナー(170g)とトナー担持体をカートリッジに装着し、このカートリッジを低温低湿環境下と高温高湿環境下の両環境で現像耐久性の評価を行った。環境の詳細は低温低湿環境下(15, 10%RH)および高温高湿可変環境下(初期25, 90%RH、1日評価終了時40, 50%RH)である。(CRG温度をモニターし、1日評価中CRG温度が55に達したところで終了する。1日の耐久枚数は約500枚である。)

【0214】

なお、画像評価項目は下記の通りであり、低温低湿及び高温高湿環境下での画像評価は0.5%の印字率の多数文字画像を3万枚の印字した後に行った。転写材は、LETTE RサイズのXEROX 4024用紙(XEROX社製、75g/m<sup>2</sup>)を用いた。

30

【0215】

なお、改造現像器に使用する現像ローラは下記のように作製し使用した。

【0216】

(現像ローラーD-1の製造方法)

軸芯体としてSUS製の円柱にニッケルメッキを施し、さらにシランカップリング系プライマーを塗布、焼付けしたものを用いた。

【0217】

ついで、軸芯体を金型に配置し、金型を100, 5分間加熱し、導電性ジメチルシリコーンゴム(Asker C硬度20度品)を金型内に形成されたキャビティに注入した。続いて、100, 15分加熱することにより、シリコーンゴムを加硫硬化し、冷却した後に脱型することで、弹性層を軸芯体の外周に設けた。

40

【0218】

次に鎖延長されたポリオールを主成分として、架橋材としてTMP変性のTDIを必要量添加した。このウレタン樹脂の固形分(鎖延長されたポリオールと架橋材として用いたイソシアネートとの総量)が18%となるように調整したメチルエチルケトンを主溶媒とする混合溶液に、さらにカーボンブラック(商品名:MA-100、三菱化学製)を樹脂成分に対し30部添加した。十分に攪拌したものをディップ液とした。この液中に弹性層が設けられた軸芯体を浸漬してコーティングした後、引き上げて乾燥させ、120にて5時間加熱処理することで表面層を弹性層の外周に設け、現像ローラD-1を得た。

50

## 【0219】

さらに、改造本体に使用する中間転写体は下記のように作製し使用した。

## 【0220】

<中間転写ベルト1の作製>

P V D F	4 5 部	
ポリブチレンテレフタレート樹脂	4 5 部	
ポリカーボネート樹脂	1 0 部	
導電性カーボン	4 部	
脂肪酸金属塩 1	1 部	
ポリエーテルエスチルアミド樹脂	1 0 部	10

この材料を2軸の押し出し機により200で溶融混練して各材料を混合し、直径2mm程度のストランドで押し出してカットし、ペレットとした。これを成型用原料1とする。加熱溶融して190で円筒状に押し出した。押し出されたフィルムに周囲から空気を吹き付け、冷却を行い筒状フィルムを成形した。

## 【0221】

この筒状フィルムについて、熱膨張率の異なる金属からなる一組の円筒型を用いてサイズと表面平滑性の調整と折り目の除去を行った。熱膨張率の高い内型に筒状フィルムを被せて、その内型を、内面を平滑に加工した外型に挿入し、170で20分間加熱した。冷却後シリンダーから外して端部をカットし、中間転写ベルト1を作製した。

## 【0222】

この中間転写ベルトのユニバーサル硬度はP V D Fというフッ素系樹脂を用いたこと、及びポリエーテルエスチルアミド樹脂を用いたことにより80N/mm<sup>2</sup>であった。

20

## 【0223】

<中間転写ベルト2乃至5の作製>

中間転写ベルト1の作製例において、P V D Fとポリエーテルエスチルアミド樹脂の添加比率を変える事および成型時の温度を変更すること以外同様にして中間転写ベルト2乃至5を作成した。

## 【0224】

<中間転写ベルト6の作製>

ポリエチレン樹脂	4 5 部	30
ポリブチレンテレフタレート樹脂	4 5 部	
ポリフッ化ビニリデン	1 0 部	
導電性カーボン	4 部	
脂肪酸金属塩 1	1 部	
ポリエーテルエスチルアミド樹脂	4 部	

上記の材料を2軸の押し出し機により160で溶融混練して各材料を混合し、直径2mm程度のストランドで押し出してカットし、ペレットとした。加熱溶融して170で円筒状に押し出した。押し出されたフィルムに周囲から空気を吹き付け、冷却を行い筒状フィルムを成形した。

## 【0225】

この筒状フィルムについて、熱膨張率の異なる金属からなる一組の円筒型を用いてサイズと表面平滑性の調整と折り目除去を行った。熱膨張率の高い内型に筒状フィルム4を被せて、その内型を、内面を平滑に加工した外型に挿入し、150で20分間加熱する。冷却後シリンダーから外して端部をカットし、中間転写ベルト6を作製した。

40

## 【0226】

この中間転写ベルト6のユニバーサル硬度は樹脂のポリエチレン樹脂を用いたこと及びポリエーテルエスチルアミド樹脂を用いたことにより20N/mm<sup>2</sup>となった。

## 【0227】

<中間転写ベルト7の作製>

熱可塑性ポリイミド樹脂	4 5 部	50
-------------	-------	----

ポリカーボネート樹脂	45部
ポリフッ化ビニリデン	10部
導電性カーボン	7部
脂肪酸金属塩 1	1部
カオリンクレー	30部

上記の材料を2軸の押し出し機により390で溶融混練して各材料を混合し、直径2mm程度のストランドで押し出してカットし、ペレットとした。これを成型用原料2とする。加熱溶融して400で円筒状に押し出した。押し出されたフィルムに周囲から空気を吹き付け、冷却を行い筒状フィルムを成形した。

【0228】

10

この筒状フィルムについて、熱膨張率の異なる金属からなる一組の円筒型を用いてサイズと表面平滑性の調整と折り目除去を行った。熱膨張率の高い内型に筒状フィルム3を被せて、その内型を、内面を平滑に加工した外型に挿入し、380で20分間加熱する。冷却後シリンダーから外して端部をカットし、中間転写ベルト7を作製した。

【0229】

この中間転写ベルト7のユニバーサル硬度は熱可塑性ポリイミドにカオリンクレーを入れることにより190N/mm<sup>2</sup>となった。

【0230】

<中間転写ベルト8の作製>

ポリエチレン樹脂	100部	20
導電性カーボン	4部	
ポリエーテルエスチルアミド樹脂	7部	

上記の材料を2軸の押し出し機により160で溶融混練して各材料を混合し、直径2mm程度のストランドで押し出してカットし、ペレットとした。加熱溶融して170で円筒状に押し出した。押し出されたフィルムに周囲から空気を吹き付け、冷却を行い筒状フィルムを成形した。

【0231】

30

この筒状フィルムについて、熱膨張率の異なる金属からなる一組の円筒型を用いてサイズと表面平滑性の調整と折り目除去を行った。熱膨張率の高い内型に筒状フィルム4を被せて、その内型を、内面を平滑に加工した外型に挿入し、150で20分間加熱する。冷却後シリンダーから外して端部をカットし、中間転写ベルト8を作製した。

【0232】

この中間転写ベルト8のユニバーサル硬度は樹脂のポリエチレン樹脂を用いたこと及びポリエーテルエスチルアミド樹脂を用いたことにより8N/mm<sup>2</sup>となった。

【0233】

<中間転写ベルト9の作製>

熱可塑性ポリイミド樹脂	100部	20
導電性カーボン	8部	
カオリンクレー	35部	

上記の材料を2軸の押し出し機により390で溶融混練して各材料を混合し、直径2mm程度のストランドで押し出してカットし、ペレットとした。これを成型用原料2とする。加熱溶融して400で円筒状に押し出した。押し出されたフィルムに周囲から空気を吹き付け、冷却を行い筒状フィルムを成形した。

【0234】

40

この筒状フィルムについて、熱膨張率の異なる金属からなる一組の円筒型を用いてサイズと表面平滑性の調整と折り目除去を行った。熱膨張率の高い内型に筒状フィルム3を被せて、その内型を、内面を平滑に加工した外型に挿入し、380で20分間加熱する。冷却後シリンダーから外して端部をカットし、中間転写ベルト9を作製した。

【0235】

この中間転写ベルト9のユニバーサル硬度は熱可塑性ポリイミドにカオリンクレーを入

50

れることにより  $220 \text{ N/mm}^2$  となった。

【0236】

[現像性評価方法]

(かぶりの測定)

カブリの測定は、REFLECTOMETER MODEL TC-6DS（東京電色社製）を用い測定し、下記式により算出した。かぶり値は少ない方が良好である。

3万枚耐久後で評価する。

カブリ（反射率；%）=（標準紙の反射率；%）-（サンプルの白べた部の反射率；%）

A : 1.5%以下

10

B : 1.5%を超える2.0%以下

C : 2.0%を超える2.5%以下

D : 2.5%を超える

【0237】

(トナー担持体縦方向ムラ)

トナー担持体の縦方向ムラ評価はトナー担持体表面の目視及び画像で評価を行った。

【0238】

3万枚印字後のハーフトーン画像において、1%印字画像部と非印字画像部の間で濃淡ムラが発生していないか目視で評価した。その後、トナー担持体表面のトナーをエアーで吹き、トナー担持体表面の観察を行った。

20

A : 画像上に濃淡ムラの発生がなく、トナー担持体表面も良好

B : 画像上に濃淡ムラの発生はないが、トナー担持体表面に若干のフィルミングが確認される。

C : 画像上に軽度な濃淡ムラ発生

D : 画像上に醜い濃淡ムラ発生

【0239】

(転写効率)

転写効率は、5千枚通紙後の現像剤を図2に示す画像形成装置を用い、N/N条件下、感光体に現像したトナー坪量に対する紙上に転写したトナー坪量の割合を下記評価基準に基づいて評価した。

30

A : 90%以上。

B : 80%を超える90%未満。

C : 70%を超える80%未満。

D : 70%未満。

【0240】

(画像濃度変化)

画像濃度はマクベス濃度計またはカラー反射濃度計（例えばColor reflection densitometer X-RITE 404A manufactured by X-Rite Co.）で測定する。

【0241】

初期濃度と3万枚耐久後の濃度の差で評価する。

A : 10%以下

B : 10%を超える20%以下

C : 20%を超える30%以下

D : 30%を超える

【0242】

(中間転写体フィルミング)

中間転写体フィルミングは、中間転写ベルト表面を目視で観察し、さらに画像欠陥を観察し、下記評価基準に基づいて評価した。3万枚耐久後で評価する。

A : 中間転写ベルト表面、画像とともに欠陥は全く認められない。

40

50

B : 耐久後半、中間転写ベルト表面に汚れが若干認められるが、画像には現れない。  
C : 耐久後半、中間転写ベルト表面に汚れが若干認められ、画像にも若干のムラが生ずる。  
D : 耐久後半、中間転写ベルト表面の汚れがひどく、画像にもムラが生ずる。

【 0 2 4 3 】

( 2 次転写ローラ汚れ )

2 次転写ローラ汚れは、2 次転写ローラ汚れ表面を目視で観察し、さらに画像欠陥を観察し、下記評価基準に基づいて評価した。3 万枚耐久後で評価する。

A : 2 次転写ローラ汚れ表面、画像ともに欠陥は全く認められない。  
B : 耐久後半、2 次転写ローラ汚れ表面に汚れが若干認められるが、画像には現れない。  
C : 耐久後半、2 次転写ローラ汚れ表面に汚れが若干認められ、画像にも若干のムラが生ずる。  
D : 耐久後半、2 次転写ローラ汚れ表面の汚れがひどく、画像にもムラが生ずる。

【 0 2 4 4 】

( 文字飛び散り )

文字飛び散りは、5 point の文字（本発明においては電驚）を中間転写体上または転写材搬送体上転写紙上に現像転写させる。さらに 150 の温度設定における定着を行い目視およびルーペで観察し、下記評価基準に基づいて評価した。3 万枚耐久後で評価する。

A : ルーペにて確認しても文字のつぶれや文字抜けは認められない。  
B : 目視では文字のつぶれや文字抜けは認められないが、ルーペにて確認すると若干の文字抜けが見られる。  
C : 目視で若干の文字抜けは認められる。  
D : 目視にて文字抜けが認められ、明らかに文字のつぶれも生ずる。

【 0 2 4 5 】

( 色ずれ )

色ずれは、ブラックトナー 1、マゼンタトナー 1、イエロートナー 1、そして作成したシアントナー 1 乃至 18 を変更して用い、線幅 100 ミクロンの縦横線でできた格子画像を中間転写体上または転写材搬送体上転写紙上に現像転写させる。さらに 150 の温度設定における定着を行い目視およびルーペで観察し、シアン色に関して下記評価基準に基づいて評価した。3 万枚耐久後で評価する。

A : ルーペにて確認しても色ずれは認められない。  
B : 目視では色ずれは認められないが、ルーペにて確認すると若干の色ずれが見られる。  
C : 目視で若干の色ずれは認められる。  
D : 目視にて明らかに色ずれが生ずる。

【 0 2 4 6 】

【表1】

実施例No.	トナ粒子No.	製法	トナ平均円形度	脂肪酸金属塩No.				中間転写体No.			
				種類	メジア溝(D50) (μm)	添加部数(トナ粒子100部当り)	脂肪酸金属塩離率(%)	動摩擦係数A	動摩擦係数B	動摩擦係数C	中間転写体表面1/2"加硬度
実施例1	シントナ1	トナ粒子1	懸濁重合	0.975	脂肪酸金属塩1 ステアリック酸Zn	0.51	0.15	0.10	0.15	0.09	転写体1
実施例2	シントナ2	トナ粒子1	懸濁重合	0.975	脂肪酸金属塩2 ステアリック酸Zn	0.23	0.30	4.5	0.08	0.07	転写体1
実施例3	シントナ3	トナ粒子1	懸濁重合	0.975	脂肪酸金属塩3 ステアリック酸Zn	0.71	0.45	19.0	0.10	0.15	転写体1
実施例4	シントナ4	トナ粒子2	懸濁重合	0.966	脂肪酸金属塩4 ステアリック酸Zn	0.62	0.08	12.0	0.14	0.23	転写体1
実施例5	シントナ5	トナ粒子3	懸濁重合	0.962	脂肪酸金属塩3 ステアリック酸Zn	0.71	0.04	12.0	0.18	0.26	転写体1
実施例6	シントナ6	トナ粒子1	懸濁重合	0.975	脂肪酸金属塩5 ステアリック酸Zn	0.18	0.15	12.0	0.10	0.15	転写体2
実施例7	シントナ7	トナ粒子1	懸濁重合	0.975	脂肪酸金属塩1 ステアリック酸Zn	0.51	0.15	15.0	0.10	0.15	転写体3
実施例8	シントナ8	トナ粒子1	懸濁重合	0.975	脂肪酸金属塩1 ステアリック酸Zn	0.51	0.15	2.5	0.07	0.04	転写体4
実施例9	シントナ7	トナ粒子1	懸濁重合	0.975	脂肪酸金属塩6 カリック酸Zn	0.51	0.15	12.0	0.16	0.32	転写体5
実施例10	シントナ8	トナ粒子4	懸濁重合	0.955	脂肪酸金属塩7 ステアリック酸Ca	0.51	0.15	12.0	0.16	0.32	転写体5
実施例11	シントナ9	トナ粒子6	粉碎法	0.931	脂肪酸金属塩8 カリック酸Zn	0.51	0.15	12.0	0.16	0.32	転写体5
実施例12	シントナ10	トナ粒子5	乳化重合	0.949	脂肪酸金属塩8 カリック酸Zn	0.51	0.15	12.0	0.16	0.32	転写体5
参考例13	シントナ11	トナ粒子4	懸濁重合	0.955	脂肪酸金属塩7 ステアリック酸Ca	0.51	0.01	12.0	0.16	0.32	転写体5
参考例14	シントナ12	トナ粒子4	懸濁重合	0.955	脂肪酸金属塩7 ステアリック酸Ca	0.51	0.70	12.0	0.16	0.32	転写体5
参考例15	シントナ13	トナ粒子4	懸濁重合	0.955	脂肪酸金属塩8 ステアリック酸Ca	0.92	0.01	12.0	0.16	0.32	転写体5
参考例16	シントナ14	トナ粒子4	懸濁重合	0.955	脂肪酸金属塩9 ステアリック酸Zn	1.28	0.01	12.0	0.16	0.32	転写体5
参考例17	シントナ14	トナ粒子4	懸濁重合	0.955	脂肪酸金属塩9 ステアリック酸Zn	1.28	0.01	12.0	0.16	0.32	転写体6
参考例18	シントナ18	トナ粒子4	懸濁重合	0.955	脂肪酸金属塩9 ステアリック酸Zn	1.28	0.01	12.0	0.16	0.32	転写体7
参考例19	シントナ15	トナ粒子4	懸濁重合	0.955	脂肪酸金属塩10 ステアリック酸Li	1.35	0.01	12.0	0.16	0.32	転写体5
参考例20	シントナ16	トナ粒子4	懸濁重合	0.955	脂肪酸金属塩9 ステアリック酸Zn	1.28	0.01	1.5	0.16	0.32	転写体5
参考例21	シントナ17	トナ粒子4	懸濁重合	0.955	脂肪酸金属塩9 ステアリック酸Zn	1.28	0.01	23.5	0.16	0.32	転写体5
比較例1	シントナ18	トナ粒子6	粉碎法	0.931	脂肪酸金属塩11 ステアリック酸Zn	5.10	0.05	24.5	0.18	0.32	転写体8
比較例2	シントナ18	トナ粒子6	粉碎法	0.931	脂肪酸金属塩11 ステアリック酸Zn	5.10	0.05	24.5	0.18	0.32	転写体9
比較例3	シントナ18	トナ粒子6	粉碎法	0.931	脂肪酸金属塩11 ステアリック酸Zn	5.10	0.05	24.5	0.18	0.32	転写体7
比較例4	シントナ18	トナ粒子6	粉碎法	0.931	脂肪酸金属塩11 ステアリック酸Zn	5.10	0.05	24.5	0.18	0.32	転写体7
比較例5	シントナ18	トナ粒子6	粉碎法	0.931	脂肪酸金属塩11 ステアリック酸Zn	5.10	0.01	0.8	0.18	0.32	転写体7
比較例6	シントナ20	トナ粒子6	粉碎法	0.931	脂肪酸金属塩11 ステアリック酸Zn	5.10	0.40	26.0	0.18	0.32	転写体7
比較例7	シントナ18	トナ粒子6	粉碎法	0.931	脂肪酸金属塩11 ステアリック酸Zn	5.10	0.05	24.5	0.03	0.04	転写体7
比較例8	シントナ18	トナ粒子6	粉碎法	0.931	脂肪酸金属塩11 ステアリック酸Zn	5.10	0.05	24.5	0.23	0.40	転写体7

【表2】

(低温低湿環境下)

	トナーNo.	転写体No.	画像濃度変化	3万枚通紙後かぶり	トナー担持体縦方向	中間転写体フィルミング	2次転写ローラ汚れ	転写効率	色ずれ	文字飛び散り
実施例1	1	1	A	A	A	A	A	A	A	A
実施例2	2	1	A	A	A	A	A	A	A	A
実施例3	3	1	A	A	A	A	A	A	A	A
実施例4	4	1	A	A	B	A	A	B	A	A
実施例5	5	1	A	A	B	A	B	B	A	A
実施例6	6	2	A	A	A	A	A	A	B	B
実施例7	1	3	A	A	A	B	B	A	A	A
実施例8	1	4	A	A	A	A	A	A	B	B
実施例9	7	5	B	B	A	B	B	A	A	A
実施例10	8	5	B	B	A	B	B	B	A	A
実施例11	9	5	B	B	A	B	B	B	A	A
実施例12	10	5	B	B	A	B	B	B	A	A
参考例13	11	5	A	A	C	C	C	B	A	A
参考例14	12	5	B	B	A	A	A	B	B	B
参考例15	13	5	B	B	C	B	B	B	A	A
参考例16	14	5	B	B	C	C	B	B	B	B
参考例17	14	6	B	B	C	B	B	A	B	B
参考例18	14	7	B	B	C	B	B	B	B	B
参考例19	15	5	B	B	C	C	B	B	B	B
参考例20	16	5	B	B	C	C	C	B	B	B
参考例21	17	5	B	B	C	C	B	B	B	B
比較例1	18	8	B	B	C	D	C	B	B	B
比較例2	18	9	B	B	C	C	D	C	B	B
比較例3	18	7	B	B	C	C	B	D	B	B
比較例4	18	7	B	B	C	D	D	B	C	C
比較例5	19	7	B	B	D	D	C	B	B	B
比較例6	20	7	D	D	C	C	B	B	B	B
比較例7	18	7	B	B	C	C	B	B	D	D
比較例8	18	7	B	B	C	D	D	B	B	B

10

20

30

【0248】

【表3】

(高温高湿環境下)

	トナーNo.	転写体No.	画像濃度変化	3万枚通紙後かぶり	トナー担持体縦方向	中間転写体フィルミング	2次転写ローラ汚れ	転写効率	色ずれ	文字飛び散り
実施例1	1	1	A	A	A	A	A	A	A	A
実施例2	2	1	A	A	A	A	A	A	A	A
実施例3	3	1	A	A	A	A	A	A	A	A
実施例4	4	1	A	A	A	A	A	B	A	A
実施例5	5	1	A	A	A	A	B	B	A	A
実施例6	6	2	A	A	A	A	A	A	B	B
実施例7	1	3	A	A	A	B	B	A	A	A
実施例8	1	4	A	A	A	A	A	A	B	B
実施例9	7	5	B	B	A	B	B	A	A	A
実施例10	8	5	B	B	A	B	B	C	A	A
実施例11	9	5	C	C	A	B	B	C	A	A
実施例12	10	5	B	B	A	B	B	C	A	A
参考例13	11	5	A	A	B	B	C	B	A	A
参考例14	12	5	C	C	A	A	A	B	B	B
参考例15	13	5	B	B	B	B	B	B	A	A
参考例16	14	5	B	C	B	B	B	B	B	B
参考例17	14	6	B	B	B	B	B	A	B	B
参考例18	14	7	B	B	B	B	B	C	B	B
参考例19	15	5	B	C	B	B	B	B	B	B
参考例20	16	5	B	B	B	B	C	B	B	B
参考例21	17	5	C	C	B	B	B	B	B	B
比較例1	18	8	B	C	B	C	C	C	B	B
比較例2	18	9	B	C	B	B	D	C	B	B
比較例3	18	7	B	C	B	B	B	D	B	B
比較例4	18	7	B	C	B	C	D	C	C	C
比較例5	19	7	B	C	C	C	C	C	B	B
比較例6	20	7	D	D	B	B	B	C	B	B
比較例7	18	7	B	C	B	B	B	C	D	D
比較例8	18	7	B	C	B	C	D	C	B	B

## 【図面の簡単な説明】

## 【0249】

【図1】本発明の現像装置の一例の説明図である。

40

【図2】本発明の現像装置を用いた画像形成装置の一例の説明図である。

## 【符号の説明】

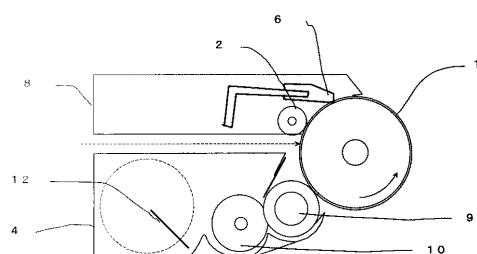
## 【0250】

- 1 感光ドラム
- 2 帯電ローラ
- 3 露光装置
- 4 現像装置
- 5 一次転写ローラ
- 6 クリーニング装置
- 7 定着装置

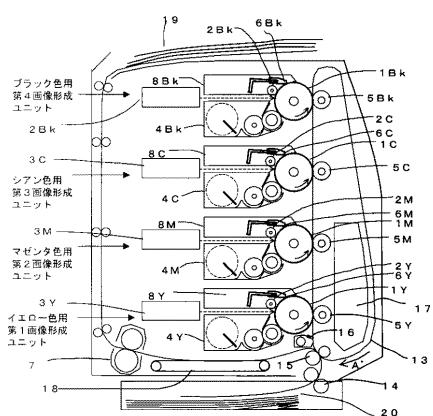
50

8 廃トナー容器  
 9 現像ローラ  
 10 トナー供給ローラ  
 11 トナー規制ブレード  
 12 トナー攪拌羽根  
 13 中間転写ベルト  
 14 ピックアップローラ  
 15 二次転写ローラ  
 16 中間転写ベルトクリーニング装置  
 17 廃トナーボックス  
 18 紙搬送ベルト  
 19 排紙部  
 20 紙カセット 10

【図1】



【図2】



---

フロントページの続き

(72)発明者 橋本 康弘  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
(72)発明者 阿部 展久  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
(72)発明者 杉山 享  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

審査官 廣田 健介

(56)参考文献 特開平09-288380 (JP, A)  
特開平11-038788 (JP, A)  
特開2005-202114 (JP, A)  
特開2004-117964 (JP, A)  
特開2002-311677 (JP, A)  
特開2003-107770 (JP, A)  
特開2001-235946 (JP, A)  
特開2006-221066 (JP, A)  
特開2004-053711 (JP, A)  
特開2005-316261 (JP, A)  
特開2002-236389 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G03G 9/00-9/113; 9/16