



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103597410 A

(43) 申请公布日 2014. 02. 19

(21) 申请号 201280028595. 0

代理人 魏启学

(22) 申请日 2012. 05. 30

(51) Int. Cl.

(30) 优先权数据

G03G 9/08 (2006. 01)

2011-130263 2011. 06. 10 JP

G03G 5/05 (2006. 01)

G03G 5/147 (2006. 01)

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

G03G 9/087 (2006. 01)

2013. 12. 10

G03G 9/10 (2006. 01)

(86) PCT国际申请的申请数据

G03G 15/08 (2006. 01)

PCT/JP2012/064496 2012. 05. 30

G03G 21/10 (2006. 01)

(87) PCT国际申请的公布数据

W02012/169502 EN 2012. 12. 13

(71) 申请人 佳能株式会社

地址 日本东京都大田区下丸子 3 丁目 30 番
2 号

(72) 发明人 盐足吉彬 福留航助 小松望

中村邦彦 釜江健太郎 藤川博之

石上恒 板仓隆行

(74) 专利代理机构 北京魏启学律师事务所

11398

权利要求书2页 说明书35页 附图5页

(54) 发明名称

调色剂、双组分显影剂和图像形成方法

(57) 摘要

调色剂具有 $3.0\mu\text{m}$ 以上且 $8.0\mu\text{m}$ 以下的重均粒径 (D4), 其中在 0.200 以上且 1.000 以下圆形度范围内, 通过将具有 $1.98\mu\text{m}$ 以上且小于 $200.00\mu\text{m}$ 的调色剂颗粒分为 800 份分析的平均圆形度为 0.960 以上且 0.985 以下, 具有 0.990 以上且 1.000 以下圆形度的颗粒 A 的比例以颗粒数量计为 25.0% 以下, 并且具有 $0.50\mu\text{m}$ 以上且小于 $1.98\mu\text{m}$ 圆当量直径的颗粒 B 相对于具有 $0.50\mu\text{m}$ 以上且小于 $200.00\mu\text{m}$ 圆当量直径的总颗粒的比例以颗粒数量计为 10.0% 以下。

1. 一种调色剂,其包括:各自包含粘结剂树脂和蜡的调色剂颗粒;和无机细颗粒,其中

(i) 所述调色剂具有 $3.0\ \mu\text{m}$ 以上且 $8.0\ \mu\text{m}$ 以下的重均粒径 (D4),

(ii) 在使用具有 512×512 像素的图像处理分辨率的流式颗粒图像测量设备测量时,所述调色剂满足以下条件 (a) 和 (b):

(a) 对于具有 $1.98\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $200.00\ \mu\text{m}$ 的圆当量直径的颗粒,所述调色剂的平均圆形度为 0.960 以上且 0.985 以下,和具有 0.990 以上且 1.000 以下的圆形度的颗粒的比例以颗粒数量计为 25.0% 以下,和

(b) 具有 $0.50\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $1.98\ \mu\text{m}$ 的圆当量直径的颗粒相对于具有 $0.50\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $200.00\ \mu\text{m}$ 的圆当量直径的颗粒的比例以颗粒数量计为 10.0% 以下,和

(iii) 满足式 (1) 的关系:

$$1.20 \leq P1/P2 \leq 2.00 \quad \text{式 (1)}$$

其中 $P1=Pa/Pb$ 和 $P2=Pc/Pd$,

Pa 和 Pb 分别表示在通过衰减全反射 (ATR) 法使用锗 (Ge) 作为 ATR 晶体在红外光入射角为 45° 下测量的调色剂的傅里叶变换红外 (FT-IR) 光谱中,在 $2,843\text{cm}^{-1}$ 以上且 $2,853\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度以及在 $1,713\text{cm}^{-1}$ 以上且 $1,723\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度,和

Pc 和 Pd 分别表示在通过 ATR 法使用 KRS5 作为 ATR 晶体在红外光入射角为 45° 下测量的调色剂 FT-IR 光谱中,在 $2,843\text{cm}^{-1}$ 以上且 $2,853\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度和在 $1,713\text{cm}^{-1}$ 以上且 $1,723\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度。

2. 根据权利要求 1 所述的调色剂,其中将所述调色剂颗粒用热风进行表面处理。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的调色剂,其中所述调色剂颗粒通过用热风使包含无机细颗粒的原料调色剂进行表面处理来生产。

4. 一种双组分显影剂,其包括:

根据权利要求 1 至 3 任一项所述的调色剂;和
磁性载体。

5. 一种图像形成方法,其包括:

使图像承载构件充电的充电步骤;

在充电步骤中充电的所述图像承载构件上形成静电潜像的潜像形成步骤;

用包含调色剂的双组分显影剂使形成于所述图像承载构件上的所述静电潜像显影以形成调色剂图像的显影步骤;

将在所述图像承载构件上的所述调色剂图像直接或者通过中间转印构件转印到转印材料的转印步骤;

清洁在所述图像承载构件表面上的转印残余调色剂的清洁步骤;和

通过施加热和 / 或压力来将所述调色剂图像定影到所述转印材料的定影步骤,

其中所述双组分显影剂为根据权利要求 4 所述的双组分显影剂。

6. 根据权利要求 5 所述的图像形成方法,

其中所述清洁步骤为通过使刮板与所述图像承载构件的表面接触而进行清洁的刮板清洁步骤,和

所述图像承载构件的最外表面层具有 40% 以上且 70% 以下的弹性变形率。

调色剂、双组分显影剂和图像形成方法

技术领域

[0001] 本发明涉及用于电子照相系统、静电记录系统、静电打印系统或调色剂喷射系统的调色剂、包含该调色剂的双组分显影剂和使用该调色剂的图像形成方法。

背景技术

[0002] 为了在电子照相设备中实现长时间的良好的图像特性,需要调色剂兼具良好的转印性和良好的清洁性。为了该目的,迄今已进行控制具有特定形状的调色剂颗粒的分布状态。

[0003] 专利文献 1 中,通过规定在调色剂颗粒中具有 $3.00\ \mu\text{m}$ 以上圆当量直径的调色剂颗粒的平均圆形度和圆形度分布预期实现良好的转印性和良好的清洁性二者。

[0004] 专利文献 2 中,通过控制具有 0.950 以下圆形度的调色剂颗粒在具有 $2\ \mu\text{m}$ 以上且 $5\ \mu\text{m}$ 以下粒径的调色剂颗粒中的数量百分比为 40% 以下以优化具有小粒径的调色剂颗粒的形状来改善转印效率并实现高图像品质。

[0005] 引文列表

[0006] 专利文献

[0007] 专利文献 1:日本专利特开第 2005-107517 号公报

[0008] 专利文献 2:日本专利特开第 2008-076574 号公报

发明内容

[0009] 发明要解决的问题

[0010] 专利文献 1 中所述的调色剂的平均圆形度小,并且可进一步改善调色剂的转印性和显影性。

[0011] 此外,根据由本发明的发明人进行的在专利文献 2 中关于调色剂的检验结果,在调色剂包含大量具有小于 $2\ \mu\text{m}$ 粒径的调色剂颗粒并在打印图像比为 40% 的条件下在 10,000 张以上纸上打印图像的情况中,在磁性载体上出现调色剂消耗(spent),并因此可降低图像浓度。

[0012] 本发明提供具有良好转印效率和良好清洁性的调色剂,其中当复印或打印大量张纸时抑制图像浓度的变化并因此具有良好的耐应力性。本发明进一步提供使用所述调色剂的双组分显影剂和图像形成方法。

[0013] 用于解决问题的方案

[0014] 本发明提供包括调色剂颗粒和无机细颗粒的调色剂,所述调色剂颗粒各自包含粘结剂树脂和蜡,其中 (i) 调色剂具有 $3.0\ \mu\text{m}$ 以上且 $8.0\ \mu\text{m}$ 以下的重均粒径(D4), (ii) 在使用具有 512×512 像素的图像处理分辨率的流式颗粒图像测量设备测量时,调色剂满足以下条件 (a) 和 (b), (a) 对于具有 $1.98\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $200.00\ \mu\text{m}$ 的圆当量直径的颗粒,调色剂的平均圆形度为 0.960 以上且 0.985 以下,并且具有 0.990 以上且 1.000 以下圆形度的颗粒的比例以颗粒数量计为 25.0% 以下, (b) 具有 $0.50\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $1.98\ \mu\text{m}$ 圆当

量直径的颗粒与具有 $0.50\mu\text{m}$ 以上且小于 $200.00\mu\text{m}$ 以下的圆当量直径的颗粒的比例以颗粒数量计为 10.0% 以下,和 (iii) 满足式 (1) 的关系。

[0015] $1.20 \leq P1/P2 \leq 2.00$ 式 (1)

[0016] 其中 $P1=Pa/Pb$ 和 $P2=Pc/Pd$, Pa 和 Pb 分别表示在通过衰减全反射 (ATR) 法使用锗 (Ge) 作为 ATR 晶体在 45° 红外光入射角下测量的调色剂的傅里叶变换红外 (FT-IR) 光谱中,在 $2,843\text{cm}^{-1}$ 以上且 $2,853\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度和在 $1,713\text{cm}^{-1}$ 以上且 $1,723\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度,且 Pc 和 Pd 分别表示在通过 ATR 方法使用 KRS5 作为 ATR 晶体在 45° 红外光入射角下测量的调色剂的 FT-IR 光谱中,在 $2,843\text{cm}^{-1}$ 以上且 $2,853\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度和在 $1,713\text{cm}^{-1}$ 以上且 $1,723\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度。

[0017] 本发明提供使用所述调色剂的双组分显影剂和图像形成方法。

[0018] 发明的效果

[0019] 本发明可提供具有良好耐久性并且实现良好的转印效率和良好的清洁性二者的调色剂。

附图说明

[0020] 图 1 为示出热处理设备的流程的图。

[0021] 图 2A 至 2C 为示出热处理设备的图。

[0022] 图 3 为示出热风供给单元 2 和气流调节部 2A 的实例的局部截面透视图。

[0023] 图 4 为示出第一冷风供给单元 3 和气流调节部 3A 的实例的局部截面透视图。

[0024] 图 5 为示出迄今已使用的热处理设备的图。

具体实施方式

[0025] 根据本发明的调色剂具有 $3.0\mu\text{m}$ 以上且 $8.0\mu\text{m}$ 以下的重均粒径 ($D4$),并且调色剂满足以下条件 (a) 在使用具有 512×512 像素 (每像素 $0.37\mu\text{m} \times 0.37\mu\text{m}$) 图像处理分辨率的流式颗粒图像测量设备测量时:(a) 关于具有 $1.98\mu\text{m}$ 以上且小于 $200.00\mu\text{m}$ 圆当量直径的颗粒,平均圆形度为 0.960 以上且 0.985 以下,并且具有 0.990 以上且 1.000 以下圆形度的颗粒的比例以颗粒数量计为 25.0% 以下。更优选地,调色剂的平均圆形度为 0.960 以上且 0.975 以下并且具有 0.990 以上且 1.000 以下圆形度的颗粒的比例以颗粒数量计为 20.0% 以下。

[0026] 与具有不规则形状的调色剂颗粒相比,具有近似球形的调色剂颗粒与图像承载构件 (感光构件) 的接触面积小,并因此对感光构件具有低粘合力。此外,关于转印步骤中形成的电场,由于调色剂颗粒的形状接近球形,所以更均匀地施加电场,并且更容易地将调色剂颗粒转印到转印材料。由于该原因,通常,随着调色剂颗粒的形状接近球形,转印效率变高。另一方面,随着调色剂颗粒的形状接近球形,调色剂和清洁刮板之间的接触面积变小。因此,难以用清洁刮板刮掉图像承载构件上的转印残余调色剂,并且降低清洁性。因此,转印性和清洁性之间存在一定程度的平衡,并难以实现良好的转印性和良好的清洁性二者。特别地,具有 0.990 以上圆形度的颗粒的比例影响清洁性的降低。然而,具有 0.990 以上圆形度的颗粒的比例和平均圆形度之间存在正相关性。如果具有 0.990 以上圆形度的颗粒的

比例降低,则平均圆形度也降低,由此降低转印性。因此,为了实现良好的转印性和良好的清洁性二者,需要将调色剂的平均圆形度和圆形度分布控制在适当的范围内。

[0027] 作为由本发明的发明人进行深入研究的结果,发现当平均圆形度为 0.960 以上且 0.985 以下并且具有 0.990 以上且 1.000 以下圆形度的颗粒的比例以颗粒数量计为 25.0% 以下时可实现高转印效率和良好的清洁性二者。

[0028] 其原因如下。通常,在调色剂中具有 0.990 以上且 1.000 以下圆形度的颗粒的比例越大,调色剂的圆形度分布越宽。使用具有宽圆形度分布的调色剂的情况下,与使用具有相同平均圆形度和较窄的圆形度分布的调色剂的情况相比,大量具有近似球形的调色剂颗粒存在于转印残余调色剂中。具有近似球形的调色剂颗粒通过清洁刮板的间隙,由此污染充电辊。因此,趋于发生由于图像承载构件上的不均匀充电引起的图像缺陷。

[0029] 另一方面,在使用上述具有窄圆形度分布的调色剂的情况中,具有近似球形的转印残余调色剂颗粒的量小于使用具有宽圆形度分布的调色剂的情况。结果,在使用具有窄圆形度分布的调色剂的情况中,用刮板刮掉大部分转印残余调色剂颗粒,由此可实现良好的清洁性。在具有 0.990 以上且 1.000 以下圆形度的颗粒的比例以颗粒数量计超过 25.0% 的情况中,由于具有近似球形的调色剂颗粒的量而清洁性降低。

[0030] 在平均圆形度小于 0.960 的情况中,存在大量具有不规则形状的调色剂颗粒。因此,大量转印残余调色剂残留于图像承载构件上并且转印效率不充分。另外,在输出图像时,为获得足够图像浓度所需的调色剂的量增加,这在运行成本方面是不利的。在平均圆形度超过 0.985 的情况中,转印效率令人满意。然而,由于具有近似球形的调色剂颗粒的量,转印残余调色剂容易通过图像承载构件和清洁刮板之间的间隙。由此,转印残余调色剂残留于图像承载构件上。结果,转印残余调色剂污染充电辊,这可导致图像承载构件的充电不良。另外,通过由于图像承载构件上的转印残余调色剂产生的图像承载构件上的不均匀充电可在图像形成期间引起图像缺陷。特别在图像承载构件的最外表面不能用清洁刮板刮擦的情况中显著地发生该现象。

[0031] 根据本发明的调色剂,在使用具有 512×512 像素(每像素 $0.37 \mu\text{m} \times 0.37 \mu\text{m}$) 图像处理分辨率的流式颗粒图像测量设备测量时满足以下条件 (b): (b) 具有 $0.50 \mu\text{m}$ 以上且小于 $1.98 \mu\text{m}$ 圆当量直径的颗粒和具有 $0.50 \mu\text{m}$ 以上且小于 $200.00 \mu\text{m}$ 圆当量直径的颗粒的比例以颗粒数量计为 10.0% 以下。在条件 (b) 中,具有 $0.50 \mu\text{m}$ 以上且小于 $1.98 \mu\text{m}$ 圆当量直径的颗粒的比例以颗粒数量计更优选为 7.0% 以下。

[0032] 在具有 $0.50 \mu\text{m}$ 以上且小于 $1.98 \mu\text{m}$ 圆当量直径的颗粒的比例以颗粒数量计为 10.0% 以下的情况中,当使用本发明的调色剂作为双组分显影剂时可抑制磁性载体表面上的调色剂消耗。因此,可以抑制磁性载体的摩擦带电赋予性的降低。由此,在耗费大量调色剂的情况中以高打印率(以 40% 以上的打印图像比)特别在长期耐久时可实现显影剂寿命的延长。

[0033] 另一方面,当具有 $0.50 \mu\text{m}$ 以上且小于 $1.98 \mu\text{m}$ 圆当量直径的颗粒的比例以颗粒数量计超过 10.0% 时,在以高打印比(打印图像比:40% 以上)的长期耐久性时,通过显影装置中的应力,使磁性载体表面被具有 $0.50 \mu\text{m}$ 以上且小于 $1.98 \mu\text{m}$ 的颗粒消耗。结果,磁性载体的摩擦带电赋予性降低,由此,降低调色剂的摩擦带电量。因此,可发生图像浓度降低、非图像区域起雾和显影装置中调色剂的飞散。

[0034] 迄今为至,获得具有 0.960 以上且 0.985 以下平均圆形度并且抑制具有 0.990 以上圆形度的调色剂颗粒的比例以颗粒数量计为 25.0%,并且抑制具有 $0.50\mu\text{m}$ 以上且小于 $1.98\mu\text{m}$ 圆当量直径的调色剂颗粒的比例以颗粒数量计为 10.0% 以下的调色剂非常困难。

[0035] 例如,在其中通过乳化聚集法制备调色剂颗粒的情况中,可以获得具有 0.960 以上且 0.985 以下平均圆形度并且其中具有 0.990 以上的圆形度的颗粒的比例以颗粒数量计为 25.0% 以下的调色剂。然而,在通过乳化聚集法制备调色剂颗粒的情况中,具有 $0.50\mu\text{m}$ 以上且小于 $1.98\mu\text{m}$ 的圆当量直径的调色剂颗粒的比例以颗粒数量计为超过 10.0%。这是由于在生产调色剂的过程中产生的残余乳化颗粒。另一方面,对于包含通过悬浮聚合法获得的调色剂颗粒的调色剂,平均圆形度非常高并且具有 0.990 以上圆形度的调色剂颗粒的比例以颗粒数量计也超过 25.0%。

[0036] 关于包含通过已知粉碎法获得的调色剂颗粒的调色剂,平均圆形度小于 0.960。用于增加包含通过粉碎法获得的调色剂颗粒的调色剂的平均圆形度的方法的实例为用热处理设备使调色剂颗粒球形化。然而,在其中使用普通热处理设备的情况中,虽然所得调色剂具有 0.960 以上且 0.985 以下的平均圆形度,但是具有 0.990 以上圆形度的颗粒的比例以颗粒数量计超过 25%。以下将详细描述其原因。

[0037] 此外,本发明的调色剂满足式 (1) 的关系:

[0038] $1.20 \leq P1/P2 \leq 2.00$ 式 (1)

[0039] 式 (1) 中, $P1=Pa/Pb$ 和 $P2=Pc/Pd$, Pa 和 Pb 分别表示在通过 ATR 法使用 Ge 作为 ATR 晶体并在红外光入射角为 45° 下测量的调色剂的 FT-IR 光谱中,在 $2,843\text{cm}^{-1}$ 以上且 $2,853\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度和在 $1,713\text{cm}^{-1}$ 以上且 $1,723\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度,且 Pc 和 Pd 分别表示在通过 ATR 法使用 KRS5 作为 ATR 晶体在红外光入射角为 45° 下测量的调色剂的 FT-IR 光谱中,在 $2,843\text{cm}^{-1}$ 以上和 $2,853\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度和在 $1,713\text{cm}^{-1}$ 以上和 $1,723\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度。

[0040] $P1$ 为与在从调色剂表面向调色剂中心部延伸方向的调色剂深度方向上,在距调色剂表面约 $0.3\mu\text{m}$ 位置处蜡相对于粘结剂树脂的存在比 (abundance ratio) 相关的指数,和 $P2$ 为与在距调色剂表面约 $1.0\mu\text{m}$ 位置处蜡相对于粘结剂树脂的存在比相关的指数。

[0041] 本发明中,将与距调色剂表面约 $0.3\mu\text{m}$ 位置处蜡相对于粘结剂树脂的存在比相关的指数 $P1$ 控制为大于与距调色剂表面约 $1.0\mu\text{m}$ 位置处蜡相对于粘结剂树脂的存在比相关的指数 $P2$,由此控制与存在比相关的指数比 $[P1/P2]$ (即,从调色剂表面向调色剂中心部延伸方向的调色剂深度方向上蜡的不均匀分布程度)。如下所述,认为通过控制比例 $[P1/P2]$ 在上述范围内可改善调色剂的耐久性。

[0042] 为了从调色剂令人满意地渗出蜡,需要蜡在调色剂表面上存在至一定程度。在从调色剂表面至约 $0.3\mu\text{m}$ 深度范围蜡的存在比有助于蜡从调色剂的渗出。然而,当蜡在调色剂表面上的存在比增加时,调色剂表面变软并且无机细颗粒趋于变得埋入其中。因此,降低调色剂的耐久性。

[0043] 另一方面,不仅调色剂表面层上的柔软而且位于其下方的下层的柔软也涉及无机细颗粒的埋入。例如,即使蜡在调色剂的上表面层上的比例高,只要位于上表面层下的下层由硬树脂层形成则无机细颗粒也不埋入至损失其功能的程度。从调色剂表面层至约 $1.0\mu\text{m}$ 深度的范围涉及无机细颗粒的这种埋入。

[0044] 通过控制比例 $[P1/P2]$ 在上述范围内,在从调色剂表面向调色剂中心部延伸方向的调色剂的深度方向上蜡在从调色剂表面至约 $0.3\mu\text{m}$ 位置范围内的存在比变得高于蜡在从调色剂表面至约 $1.0\mu\text{m}$ 位置范围内的存在比。特别地,从具有高蜡含量的调色剂表面层向调色剂中心部树脂变硬。结果,抑制无机细颗粒的过度埋入,并且可改善调色剂的耐久性。

[0045] 调色剂的比例 $[P1/P2]$ 优选为 1.25 以上且 1.90 以下,并更优选 1.30 以上且 1.80 以下。

[0046] 为了控制调色剂的比例 $[P1/P2]$ 在上述范围内,通过如下所述的方法来独立地控制 P1 和 P2。

[0047] 计算调色剂的比例 $[P1/P2]$ 的方法如下。

[0048] 通过 P1 除以 P2 可计算比例 $[P1/P2]$,其中 $P1=Pa/Pb$ 和 $P2=Pc/Pd$, Pa 和 Pb 各自表示在通过 ATR 法使用 Ge 作为 ATR 晶体在红外光的入射角为 45° 下测量的调色剂 FT-IR 光谱中在 $2,843\text{cm}^{-1}$ 以上且 $2,853\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度和在 $1,713\text{cm}^{-1}$ 以上且 $1,723\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度,并且 Pc 和 Pd 各自表示通过 ATR 法使用 KRS5 作为 ATR 晶体在红外光入射角为 45° 下测量的调色剂 FT-IR 光谱中在 $2,843\text{cm}^{-1}$ 以上且 $2,853\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度和在 $1,713\text{cm}^{-1}$ 以上且 $1,723\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度。

[0049] 注意最大吸收峰强度 Pa 至 Pd 各自为通过从 FT-IR 光谱的最大值减去基线的影响而测定的其峰强度。具体地,最大吸收峰强度 Pa 为通过从 $2,843\text{cm}^{-1}$ 以上且 $2,853\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的吸收峰强度的最大值减去 $3,050\text{cm}^{-1}$ 的吸收强度和 $2,600\text{cm}^{-1}$ 的吸收强度的平均值而测定的值。同样地,最大吸收峰强度 Pb 为通过从 $1,713\text{cm}^{-1}$ 以上且 $1,723\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的吸收峰强度的最大值减去 $1,763\text{cm}^{-1}$ 的吸收强度和 $1,630\text{cm}^{-1}$ 的吸收强度的平均值而测定的值。最大吸收峰强度 Pc 为通过从 $2,843\text{cm}^{-1}$ 以上且 $2,853\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的吸收峰强度的最大值减去 $3,050\text{cm}^{-1}$ 的吸收强度和 $2,600\text{cm}^{-1}$ 的吸收强度的平均值而测定的值。最大吸收峰强度 Pd 为通过从 $1,713\text{cm}^{-1}$ 以上且 $1,723\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的吸收峰强度的最大值减去 $1,763\text{cm}^{-1}$ 的吸收强度和 $1,630\text{cm}^{-1}$ 的吸收强度的平均值而测定的值。

[0050] 在 FT-IR 光谱中,在 $1,713\text{cm}^{-1}$ 以上且 $1,723\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的吸收峰为主要可归因于来源于粘结剂树脂的 -CO- 的伸缩振动的峰。除了上述峰以外的各种峰例如可归因于芳族环 CH 的面外弯曲振动 (out-of-plane bending vibration) 的峰也被检出为来源于粘结剂树脂的峰。然而,大量峰存在于 $1,500\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内,并且难以分离仅来源于粘结剂树脂的峰。因此,不能计算精确数值。因此,使用与其它峰容易分离的在 $1,713\text{cm}^{-1}$ 以上且 $1,723\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的吸收峰作为来源于粘结剂树脂的峰。

[0051] 在 FT-IR 光谱中,在 $2,843\text{cm}^{-1}$ 以上且 $2,853\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的吸收峰为主要可归因于来源于蜡的 $\text{-CH}_2\text{-}$ 的伸缩振动 (对称) 的峰。可归因于 CH_2 的面内弯曲振动 (In-plane bending vibration) 的另外的峰在 $1,450\text{cm}^{-1}$ 以上且 $1,500\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内也被检出为来源于蜡的峰。然而,该峰与来源于粘结剂树脂的峰重叠,并且难以分离来源于蜡的峰。因此,使用与其它峰容易分离的在 $2,843\text{cm}^{-1}$ 以上且 $2,853\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的吸收峰作为来源于蜡的峰。

[0052] 在测定 Pa 和 Pc 时,从在 $2,843\text{cm}^{-1}$ 以上且 $2,853\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的吸收峰强度的最大值减去在 $3,050\text{cm}^{-1}$ 的吸收强度和在 $2,600\text{cm}^{-1}$ 的吸收强度的平均值。通常,在

3,050 cm^{-1} 附近和 2,600 cm^{-1} 附近没有观察到吸收峰。因此,通过计算这两点的平均值可计算基线的强度。

[0053] 在测定 Pb 和 Pd 时,从 1,713 cm^{-1} 以上且 1,723 cm^{-1} 以下范围内的吸收峰强度的最大值减去 1,763 cm^{-1} 的吸收强度和 1,630 cm^{-1} 的吸收强度的平均值。通常,在 1,763 cm^{-1} 附近和 1,630 cm^{-1} 附近没有观察到吸收峰。因此,通过计算这两点的平均值可计算基线的强度。

[0054] 来源于粘结剂树脂的最大吸收峰强度 Pb 和 Pd 以及来源于蜡的最大吸收峰强度 Pa 和 Pc 分别与粘结剂树脂和蜡的量相关。因此,本发明中,蜡相对于粘结剂树脂的存在比通过来源于蜡的最大吸收峰强度除以来源于粘结剂树脂的最大吸收峰强度来计算。

[0055] 已发现,为了使调色剂变得从定影构件可脱模,重要的是在定影步骤中渗出的蜡在定影构件和调色剂层之间形成脱模层。然而,在高速机例如按需打印 (POD) 系统的情况中,由于定影步骤中调色剂的熔融时间短,蜡的渗出时间也缩短并且不能形成充足的脱模层。结果,在定影期间趋于发生记录介质的非故意卷曲。

[0056] 因此,为了使用高速机例如 POD 系统,需要添加大量蜡。结果,可增加由于无机细颗粒在调色剂颗粒表面中埋入或无机细颗粒从调色剂颗粒表面脱离引起的摩擦带电量的变化。

[0057] 作为由本发明的发明人进行的深入研究的结果,已发现 P1 与图像的光泽性和防止记录介质在定影期间的非故意卷曲的性质相关。认为,通过沿厚度方向从调色剂表面至约 0.3 μm 位置的范围内使蜡相对于粘结剂树脂大量存在,即使当使用高速机例如 POD 系统时,在定影步骤中蜡也快速熔融并显示脱模效果,由此改善定影构件和调色剂层之间的脱模性。具体地,P1 优选为 0.10 以上且 0.70 以下,并更优选 0.12 以上且 0.66 以下。

[0058] 已发现,本发明中,为了在定影步骤中显示脱模效果,蜡的存在状态是重要的。具体地,在约 0.3 μm 的位置蜡的存在比和蜡的渗出行为之间存在相关性。因此,本发明中,使用在约 0.3 μm 位置的蜡的存在比 P1 作为指数。

[0059] 为了控制 P1,原料调色剂可用热风表面处理。此处,术语“原料调色剂”指通过热处理进行表面处理前的调色剂颗粒。为了增加 P1,例如,可升高用热风表面处理的温度或可增加蜡的添加量。另一方面,可通过降低用热风表面处理的温度、降低蜡的添加量或将无机细颗粒外部添加至原料调色剂来降低 P1。

[0060] 为了改善图像的光泽性和防止定影期间记录介质的非故意卷曲的性质,重要的是控制 P1 在上述范围内。然而,由于其分子量低于粘结剂树脂的分子量所以蜡是柔软的。因此,即使在控制 P1 在上述范围内的情况中,例如,通过耐久而使无机细颗粒也埋入调色剂颗粒中,这可导致摩擦带电量变化的增加。

[0061] 本发明中,为了显示由于调色剂和磁性载体之间的摩擦引起的带电量的稳定性,重要的是抑制固定到调色剂颗粒表面的无机细颗粒的埋入。具体地,在约 1.0 μm 位置的蜡的存在比和无机细颗粒的埋入的抑制之间存在相关性。因此,本发明中,使用在约 1.0 μm 位置的蜡的存在比 P2 作为指数。

[0062] 虽然机理不清楚,但本发明的发明人推测如下。

[0063] 对于由于与磁性载体的摩擦引起的带电量的变化,重要的是抑制经过耐久的调色剂表面的变化。具体地,认为通过抑制由于显影装置中的应力引起的无机细颗粒的脱离和埋入可抑制调色剂表面的变化。

[0064] 认为不仅调色剂表面层上的硬度而且位于其下的下层的硬度也涉及无机细颗粒的埋入。例如,认为即使蜡在调色剂的上表面层上存在的量大,只要位于上表面层下的下层由硬树脂层形成则无机细颗粒也不埋入至损失其功能的程度。因此,认为在深度方向上从调色剂表面至约 $1.0\ \mu\text{m}$ 位置的范围内蜡相对于粘结剂树脂的存在比是重要的。认为,通过控制 P2 在特定范围内,可抑制无机细颗粒的埋入从而抑制摩擦带电量的变化。如上所述,在从调色剂表面至约 $1.0\ \mu\text{m}$ 位置的范围内蜡相对于粘结剂树脂的存在比 P2 由通过借助于 ATR 法使用 KRS5 ($n_2=2.4$) 作为 ATR 晶体在红外光入射角为 45° 下测量调色剂而测定的 P_c 和 P_d 来计算 ($P2=P_c/P_d$)。具体地, P2 优选为 0.05 以上且 0.35 以下,并更优选 0.06 以上且 0.33 以下。

[0065] 通过改变添加蜡的类型和量并控制蜡在调色剂中的分散直径,可将 P2 控制在特定范围内。在进行用热风表面处理的情况中,通过改变处理条件可控制 P2。蜡在调色剂中的分散直径还可通过例如,在制备调色剂颗粒时内部添加无机细颗粒来改变。

[0066] 现将描述可用于本发明的调色剂中的材料。

[0067] 用于调色剂的粘结剂树脂的实例包括,苯乙烯衍生物的均聚物例如聚苯乙烯和聚乙炔基甲苯;苯乙烯共聚物,例如苯乙烯-丙烯共聚物、苯乙烯-乙炔基甲苯共聚物、苯乙烯-乙炔基萘共聚物、苯乙烯-丙烯酸甲酯共聚物、苯乙烯-丙烯酸乙酯共聚物、苯乙烯-丙烯酸丁酯共聚物、苯乙烯-丙烯酸辛酯共聚物、苯乙烯-丙烯酸二甲氨基乙酯共聚物、苯乙烯-甲基丙烯酸甲酯共聚物、苯乙烯-甲基丙烯酸乙酯共聚物、苯乙烯-甲基丙烯酸丁酯共聚物、苯乙烯-甲基丙烯酸辛酯共聚物、苯乙烯-甲基丙烯酸二甲氨基乙酯共聚物、苯乙烯-乙炔基甲基醚共聚物、苯乙烯-乙炔基乙基醚共聚物、苯乙烯-乙炔基甲基酮共聚物、苯乙烯-丁二烯共聚物、苯乙烯-异戊二烯共聚物、苯乙烯-马来酸共聚物和苯乙烯-马来酸酯共聚物;聚甲基丙烯酸甲酯;聚甲基丙烯酸丁酯;聚乙酸乙烯酯;聚乙烯;聚丙烯;聚乙烯醇缩丁醛;硅酮树脂;聚酯树脂;聚酰胺树脂;环氧树脂;聚丙烯酸类树脂;松香;改性松香;萜烯树脂;酚醛树脂;脂族或脂环烃树脂;和芳族石油树脂。可单独或以两种以上树脂的组合使用这些树脂。

[0068] 这些树脂中,优选用作粘结剂树脂的聚合物为苯乙烯共聚物和具有聚酯单元的树脂。

[0069] 术语“聚酯单元”指来源于聚酯的部分。构成聚酯单元的组分的实例包括二价以上醇单体组分和酸单体组分例如二价以上羧酸、二价以上羧酸酐和二价以上羧酸酯。

[0070] 二价以上醇单体组分的实例包括以下化合物。具体地,二元醇单体组分的实例包括,双酚 A 的烯化氧加合物,例如聚氧丙烯 (2.2)-2,2-双(4-羟苯基)丙烷、聚氧丙烯 (3.3)-2,2-双(4-羟苯基)丙烷、聚氧乙烯 (2.0)-2,2-双(4-羟苯基)丙烷、聚氧丙烯 (2.0)-聚氧乙烯 (2.0)-2,2-双(4-羟苯基)丙烷和聚氧丙烯 (6)-2,2-双(4-羟苯基)丙烷;乙二醇;二甘醇;三甘醇;1,2-丙二醇;1,3-丙二醇;1,4-丁二醇;新戊二醇;1,4-丁烯二醇;1,5-戊二醇;1,6-己二醇;1,4-环己烷二甲醇;二丙二醇;聚乙二醇;聚丙二醇;聚丁二醇,双酚 A 和氢化双酚 A。

[0071] 三价以上醇单体组分的实例包括山梨醇、1,2,3,6-己四醇、1,4-脱水山梨糖醇、季戊四醇、二季戊四醇、三季戊四醇、1,2,4-丁三醇、1,2,5-戊三醇、丙三醇、2-甲基丙三醇、2-甲基-1,2,4-丁三醇、三羟甲基乙烷、三羟甲基丙烷和 1,3,5-三羟基甲苯。

[0072] 二价羧酸单体组分的实例包括芳族二羧酸例如邻苯二甲酸、间苯二甲酸和对苯二甲酸及其酸酐；烷基二羧酸例如琥珀酸、己二酸、癸二酸和壬二酸及其酸酐；用具有 6 至 18 个碳原子的烷基或烯基取代的琥珀酸及其酸酐；和不饱和二羧酸例如富马酸、马来酸和柠康酸及其酸酐。

[0073] 三价以上羧酸单体组分的实例包括多价羧酸例如偏苯三酸、苯均四酸和二苯甲酮四羧酸及其酸酐。

[0074] 其它单体的实例包括多元醇例如线型酚醛清漆型酚醛树脂的氧化烯醚。

[0075] 在使用上述粘结剂树脂的情况中，从实现令人满意的保存性、低温定影性和耐热污损性的观点，粘结剂树脂的玻璃化转变温度 (T_g) 优选为 40℃ 以上且 90℃ 以下，并更优选 45℃ 以上且 65℃ 以下。

[0076] 用于调色剂的蜡的实例包括烃蜡例如低分子量聚乙烯、低分子量聚丙烯、烯属烃共聚物 (alkylene copolymer)、微晶蜡、石蜡和费托蜡；烃蜡的氧化物例如氧化的聚乙烯蜡及其嵌段共聚物；包含脂肪酸酯作为主组分的蜡，例如巴西棕榈蜡；和通过使脂肪酸酯部分或完全脱氧获得的蜡，例如脱氧巴西棕榈蜡。

[0077] 蜡的实例进一步包括饱和直链脂肪酸类例如棕榈酸、硬脂酸和褐煤酸；不饱和脂肪酸例如巴西烯酸、桐酸和十八碳四烯酸；饱和醇类例如十八醇、芳烷基醇、山萘醇、巴西棕榈醇、蜡醇和蜂花醇；多元醇类如山梨糖醇；脂肪酸如棕榈酸、硬脂酸、山萘酸或褐煤酸与醇如十八烷醇、芳烷基醇 (aralkyl alcohol)、山萘醇、巴西棕榈醇、蜡醇或蜂花醇的酯类；脂肪酸酰胺类如亚油酸酰胺、油酸酰胺或月桂酸酰胺等；饱和脂肪酸双酰胺类如亚甲基双硬脂酸酰胺、亚乙基双癸酸酰胺、亚乙基双月桂酸酰胺和亚己基双硬脂酸酰胺等；不饱和脂肪酸酰胺类如亚乙基双油酸酰胺、亚己基双油酸酰胺、N, N' - 二油烯基己二酸酰胺和 N, N' - 二油烯基癸二酸酰胺等；芳族双酰胺类如间二甲苯双硬脂酸酰胺和 N, N' - 二硬脂酰间苯二甲酸酰胺；脂族金属盐类（通称“金属皂”的那些）如硬脂酸钙、月桂酸钙、硬脂酸锌和硬脂酸镁等；由通过接枝乙烯基单体如苯乙烯或丙烯酸而获得的脂族烃组成的蜡类；脂肪酸和多元醇的部分酯化产物，如山萘酸单甘油酯 (monoglyceride behenate)；和通过植物性油脂的氢化获得的含羟基的甲酯化合物。

[0078] 这些蜡中，从防止在细线图像附近调色剂飞散以及改善调色剂的耐应力性的观点，优选烃蜡类例如石蜡和费托蜡。

[0079] 蜡的使用量相对于 100 质量份粘结剂树脂优选为 0.5 质量份以上且 20 质量份以下。由于可实现调色剂的令人满意的保存性、低温定影性质和耐热污损性，蜡的最大吸热峰的峰值温度优选为 45℃ 以上且 140℃ 以下。从改善调色剂的耐应力性的观点，蜡的最大吸热峰的峰值温度更优选为 75℃ 以上且 120℃ 以下。

[0080] 用于调色剂的着色剂的实例包括以下。

[0081] 黑色着色剂的实例包括炭黑；和通过使用黄色着色剂、品红色着色剂和青色着色剂进行色调调节至黑色的着色剂。可单独使用颜料作为着色剂。然而，从全色图像的图像品质的观点，更优选组合使用染料和颜料以改善鲜明度。

[0082] 关于品红色调色剂用着色颜料，使用已知的化合物例如缩合偶氮化合物、二酮基吡咯并吡咯化合物、蒽醌、喹吖啶酮化合物、碱性染料色淀化合物、萘酚化合物、苯并咪唑酮化合物、硫靛蓝化合物和花化合物。其具体实例包括 C. I. 颜料红 57:1、122、150、269 和 282

以及 C. I. 颜料紫 19。关于品红色调色剂用染料,使用已知的化合物。

[0083] 关于青色调色剂用着色颜料,例如使用其中酞菁骨架被 1 至 5 个邻苯二甲酰亚氨基所取代的 C. I. 颜料蓝 15:3。青色调色剂用着色染料的实例为 C. I. 溶剂蓝 70。

[0084] 关于黄色调色剂用着色颜料,使用以缩合偶氮化合物、异吲哚啉酮化合物、异吲哚啉化合物、蒽醌化合物、偶氮金属配合物次甲基化合物和烯丙基酰胺化合物为代表的化合物。其具体实例包括 C. I. 颜料黄 74、93、155、180 和 185。黄色调色剂用着色染料的实例包括 C. I. 溶剂黄 98 和 162。

[0085] 着色剂的使用量相对于 100 质量份粘结剂树脂优选为 0.1 质量份以上且 30 质量份以下。

[0086] 如有必要,可在调色剂中引入电荷控制剂。可使用已知的化合物作为引入调色剂中的电荷控制剂。特别地,优选使用其中调色剂的摩擦带电速度高并且可稳定地保持恒定的摩擦带电量的芳族羧酸的无色金属化合物。

[0087] 负电荷控制剂的实例包括水杨酸的金属化合物、苯甲酸的金属化合物、二羧酸的金属化合物、在侧链中具有磺酸或羧酸的高分子型化合物、在侧链中具有磺酸盐或酯化磺酸的高分子型化合物、在侧链中具有羧酸盐或酯化羧酸的高分子型化合物、硼化合物、尿素化合物、硅酮化合物和杯芳烃。正电荷控制剂的实例包括季铵盐、侧链中具有上述季铵盐的高分子型化合物、胍化合物和咪唑化合物。可将电荷控制剂内部地或者外部地添加到调色剂颗粒。电荷控制剂的添加量相对于 100 质量份粘结剂树脂优选为 0.2 质量份以上且 10 质量份以下。

[0088] 为了改善调色剂的流动性和使耐久性稳定化,本发明的调色剂可包含无机细颗粒作为外部添加剂。无机细颗粒的实例包括二氧化硅、氧化钛和氧化铝细颗粒。可用疏水化剂例如硅烷化合物、硅油或其混合物使无机细颗粒疏水化。为了改善流动性,用作外部添加剂的无机细颗粒优选具有 $50\text{m}^2/\text{g}$ 以上且 $400\text{m}^2/\text{g}$ 以下的 BET 比表面积。另一方面,为了使耐久性稳定化,无机细颗粒优选具有 $10\text{m}^2/\text{g}$ 以上且 $50\text{m}^2/\text{g}$ 以下的比表面积。为了同时获得流动性改善和耐久性稳定化,可组合使用具有上述范围内的 BET 比表面积的多种无机细颗粒。作为外部添加剂添加的无机细颗粒的使用量相对于 100 质量份调色剂颗粒优选为 0.1 质量份以上且 5.0 质量份以下。可使用已知的混合机例如亨舍尔混合机来混合调色剂颗粒和外部添加剂。

[0089] 从控制比例 P1/P2 的观点,调色剂颗粒可包含无机细颗粒作为内部添加剂。可用作内部添加剂的无机细颗粒的实例包括二氧化硅、氧化钛和氧化铝细颗粒。可用疏水化剂例如硅烷化合物、硅油或其混合物使无机细颗粒疏水化。作为内部添加剂使用的无机细颗粒优选具有 $10\text{m}^2/\text{g}$ 以上且 $400\text{m}^2/\text{g}$ 以下的 BET 比表面积。作为内部添加剂添加的无机细颗粒的使用量相对于 100 质量份调色剂颗粒优选为 0.5 质量份以上且 5.0 质量份以下。认为在调色剂颗粒中引入作为内部添加剂的无机细颗粒的情况中改善蜡的分散性。

[0090] 认为之所以通过使用无机细颗粒作为内部添加剂改善蜡的分散性的原因如下。通常,粘结剂树脂为相对亲水性的而蜡为高疏水性的。因此,在通过粉碎法生产调色剂的情况中,在熔融捏合粘结剂树脂、蜡等时,粘结剂树脂和蜡不容易混合。然而,在熔融捏合时存在无机细颗粒的情况中,作为固体的无机细颗粒通过机械剪切分散于粘结剂树脂中。在已使无机细颗粒疏水化的情况中,由于高度疏水的无机细颗粒与蜡具有高相容性,蜡存在于无

机细颗粒附近。结果,蜡变得易于分散在粘结剂树脂中。另外,在通过粉碎法生产调色剂的情况下,当在熔融捏合粘结剂树脂、蜡等时存在无机细颗粒时,所得熔融捏合物的粘度增加并且剪切被更加容易地施加到熔融捏合物。因此,容易改善蜡在粘结剂树脂中的分散性。

[0091] 用于生产调色剂颗粒的方法的实例包括,包括熔融捏合粘结剂树脂和蜡,冷却所得捏合产物,然后粉碎并分级捏合物的粉碎法;包括将通过使粘结剂树脂和蜡溶解或分散于溶剂中制备的溶液引入水性介质中以引起悬浮和造粒,并除去溶剂以获得调色剂颗粒的悬浮造粒法;包括将包含聚合性单体、蜡、着色剂等聚合性单体组合物分散于水性介质中,并进行聚合反应以制备调色剂颗粒的悬浮聚合法;和包括通过使聚合物细颗粒和蜡聚集来形成细颗粒聚集体的步骤和在细颗粒聚集体中进行细颗粒的熔融以获得调色剂颗粒的老化步骤的乳化聚集法。

[0092] 下面将描述通过粉碎法生产调色剂的步骤。首先,在原料混合步骤中,称取预定量的粘结剂树脂、蜡和根据需要的其它组分例如着色剂、电荷控制剂和无机细颗粒,组合并混合。混合设备的实例包括双锥混合机、V型混合机、鼓式混合机、高速混合机、亨舍尔混合机、诺塔混合机和 MECHANO HYBRID(由 NIPPON COKE&ENGINEERING CO., LTD. 生产)。接下来,在熔融捏合步骤中,熔融捏合所得混合材料从而将蜡等分散于粘结剂树脂中。在该步骤中,可使用间歇式捏合机例如加压捏合机或班伯里混合机,或者连续式捏合机。由于连续生产的优点已主要使用单螺杆或双螺杆挤出机。挤出机的实例包括 KTK 型双螺杆挤出机(由 Kobe Steel, Ltd. 生产)、TEM 型双螺杆挤出机(由 TOSHIBA MACHINE CO., LTD. 生产)、PCM 挤出机(由 Ikegai Corp. 生产)、双螺杆挤出机(由 KCK 生产)、共捏合机(由 Buss 生产)和 KNEADEX(由 NIPPON COKE&ENGINEERING CO., LTD. 生产)。此外,通过熔融捏合获得的树脂组合物可以用双辊磨机等辊压。随后,可进行用水等冷却树脂组合物的冷却步骤。

[0093] 接下来,在粉碎步骤中,将所得树脂组合物粉碎至具有期望粒径。粉碎步骤中,用研磨机,例如破碎机、锤磨机和削磨机粗粉碎后,用 Krypton 系统(由 Kawasaki Heavy Industries Ltd. 生产)、Super Roater(由 NISSHIN ENGINEERING INC. 生产)、Turbo • Mill(由 FREUND-TURBO CORPORATION, LTD. 生产)或者使用空气喷射系统的细粉碎机进一步进行细粉碎以获得粉碎物。随后,如有需要,通过使用分级机或筛分机,如使用惯性分级系统的 Elbow-Jet(由 Nittetsu Mining Co., Ltd. 生产)、使用离心分级系统的 Turboplex(由 Hosokawa Micron Corporation 生产)、TSP 分离器(由 Hosokawa Micron Corporation 生产)或 Faculty(由 Hosokawa Micron Corporation 生产)进行分级步骤。此外,粉碎后,还可以使用 Hybridization 系统(由 NARA MACHINERY CO., LTD. 生产)、Mechanofusion 系统(由生产 Hosokawa Micron Corporation)或 Faculty(由生产 Hosokawa Micron Corporation)来任选地进行调色剂颗粒的表面处理例如球形化处理。

[0094] 为了获得用于本发明的调色剂的调色剂颗粒,获得粉碎物(原料调色剂)后,可使用热处理设备进行表面处理。图 1 示出使用热处理设备进行粉碎物的热处理的流程。

[0095] 热风供给单元 2、原料供给单元 8 和冷风供给单元 3、4 和 5 配置在热处理设备 1 的上游。袋(调色剂收集单元)19 和鼓风机 20 配置于热处理设备 1 的下游。

[0096] 原料供给单元 8 通过压缩气体将原料调色剂供给至热处理设备 1 的调色剂处理空间。调色剂处理空间基本上为热处理设备主体中的圆筒形空间,并且在该空间中进行原料调色剂的热处理。压缩气体供给单元 15 配置于供给器 16 的下游以便供给恒定量的原料调

色剂至调色剂处理空间。

[0097] 热风供给单元 2 使用其内部设置的加热器 17 加热外界空气并供给热风至调色剂处理空间。通过该热风在调色剂处理空间中使原料调色剂球形化。为了冷却热处理的调色剂而将冷风供给单元 3、4 和 5 连接到热处理设备 1 的主体。冷风从冷风供给装置 30 供给到冷风供给单元 3、4 和 5。已在调色剂处理空间中热处理的调色剂通过调色剂收集单元 19 而收集。作为调色剂收集单元 19, 例如, 使用旋风分离器或双分离器 (double-clone)。已用于原料调色剂的热处理的热风通过起抽吸排出单元作用的鼓风机 20 抽吸并排出到热处理设备 1 的系统外。

[0098] 接下来, 将描述热处理设备。图 2A 至 2C 为示出热处理设备的实例的图。将热处理设备设计为设备外周的最大直径为 500mm, 和从设备底表面至顶板 (粉末引入管的出口) 的高度为约 1, 200mm。图 2A 示出热处理设备的外观。图 2B 示出热处理设备的内部结构。图 2C 为原料供应单元 8 的出口部的放大图。注意在假设设备具有如上所述的尺寸下确定如下所述设备的设备结构和操作条件。

[0099] 原料供应单元 8 包括沿径向延伸的第一喷嘴 9 和在第一喷嘴 9 内部配置的第二喷嘴 10。供给到原料供应单元 8 的原料调色剂的流速通过从压缩气体供给单元 15 供给的压缩气体来加速, 并且原料调色剂通过在原料供给单元 8 的出口部设置的第一喷嘴 9 和第二喷嘴 10 之间形成的空间, 并且沿设备中调色剂处理空间的圆周方向向外部环状喷出。

[0100] 第一管状构件 6 和第二管状构件 7 设置于原料供给单元 8 中, 并且还将压缩气体供给到各管状构件 6 和 7。通过第一管状构件 6 的压缩气体通过第一喷嘴 9 和第二喷嘴 10 之间形成的空间。第二管状构件 7 穿透第二喷嘴 10, 并且将压缩气体从第二管状构件 7 的出口部向第二喷嘴 10 的内表面喷入第二喷嘴 10 的内部。在第二喷嘴 10 的外周表面上设置多个肋状物 10B。这些肋状物 10B 向从如下所述的热风供给单元 2 供给的热风的流动方向以弯曲的方式配置。在从原料供给单元 8 的上游部至第一喷嘴 9 延伸的原料流路中, 原料供给单元 8 的部分 (该部分连接到第一喷嘴 9) 的直径被设计为小于原料供给单元 8 的上游端的直径。即, 将第二喷嘴 10 配置为从其连接到第二管状构件 7 的部分向出口部的方向发散。这是因为供给的调色剂颗粒的流速在第一喷嘴 9 的入口被一次加速, 并因此可进一步帮助原料调色剂的分散。此外, 沿出口部的方向的端部, 进一步改变发散的角度以形成沿径向延伸的翘起部 (turn-up portion) 10A。

[0101] 在图 2A 至 2C 中所示的热处理设备中, 在接近于原料供给单元 8 的外周表面的位置或沿水平方向远离原料供给单元 8 的外周表面的位置环状地设置热风供给单元 2。此外, 用于冷却热处理的调色剂并防止调色剂颗粒由于在设备中升温引起的调色剂颗粒的聚结和熔融的第一冷风供给单元 3、第二冷风供给单元 4 和第三冷风供给单元 5 配置于热风供给单元 2 的外侧和下游侧。热风供给单元 2 可环状地设置于沿水平方向远离原料供给单元 8 的外周部的位 置。在该情况中, 可以防止第一喷嘴 9 和第二喷嘴 10 的出口部通过供给的热风而加热, 并且从出口部喷出的调色剂颗粒熔融和彼此粘合的现象。

[0102] 图 3 为示出热风供给单元 2 和气流调节部 2A 的实例的部分截面透视图。如图 3 所示, 用于以倾斜且回旋方式将热风供给入设备的气流调节部 2A 配置于热风供给单元 2 的出口部上。气流调节部 2A 包括具有多个叶片的百叶窗。从具有圆筒状的热风供给单元 2 向调色剂处理空间供给的热风通过气流调节部 2A 的百叶窗倾斜并在调色剂处理空间中回

旋。通过原料供给单元 8 供给的原料调色剂随着热风的流动而回旋。在回旋的同时在调色剂处理空间中热处理原料调色剂,由此将热基本上均匀地施加到各调色剂颗粒。因此,可获得具有尖锐圆形成度分布和尖锐粒径分布的调色剂颗粒。

[0103] 气流调节部 2A 的百叶窗叶片的数量和角度可根据待处理的原料的种类和原料量来适当调节。关于气流调节部 2A 中百叶窗各叶片的倾斜角,各叶片的主表面相对于竖直方向的角度优选为 20 至 70 度,并更优选 30 至 60 度。当叶片的倾斜角在上述范围内时,可抑制沿垂直方向的风速降低同时热风在设备中适当地旋转。结果,即使当待处理的原料量增加时,也防止调色剂颗粒的聚结,并且还抑制不利地影响清洁性的具有 0.990 以上圆形成度的调色剂颗粒的形成频度。另外,防止热在设备上部上滞留,并且这在生产能量方面也是有效的。

[0104] 热处理设备可包括冷风供给单元。图 4 为示出第一冷风供给单元 3 和气流调节部 3A 的实例的部分截面透视图。如图 4 所示,其中百叶窗的多个叶片在一定间隔下以倾斜方式配置的气流调节部 3A 配置于第一冷风供给单元 3 的出口部上,从而冷风在设备中的调色剂处理空间中回旋。调节气流调节部 3A 的百叶窗的倾斜从而沿与从上述热风供给单元 2 供给的热风的回旋方向基本上相同的方向(其中保持原料调色剂在调色剂处理空间中回旋的方向)回旋空气。该结构进一步增加热风的回旋力并抑制调色剂处理空间中温度的升高,由此防止设备外周部上调色剂颗粒的熔融和调色剂颗粒的聚结。

[0105] 第一冷风供给单元 3 的气流调节部 3A 的百叶窗叶片的数量和角度还可根据待处理的原料的种类和原料的量来适当调节。关于第一冷风供给单元 3 中百叶窗各叶片的倾斜角,各叶片的主表面相对于竖直方向的角度优选为 20 至 70 度,并更优选 30 至 60 度。当叶片的倾斜角在上述范围内时,不妨碍在设备中的调色剂处理空间中的热风 and 调色剂颗粒的流动,并且还防止热在设备上部上的滞留。

[0106] 除了上述冷风供给单元外,在热风供给单元的下侧上可以设置至少一个冷风供给单元,从而当冷风被供给到设备内时在设备垂直行向上以分开方式供给冷风。例如,构造图 2A 所示的设备,从而使冷风从四个方向以分开的方式从第一冷风供给单元 3、第二冷风供给单元 4 和第三冷风供给单元 5 的每一个导入到调色剂处理空间。该结构意在容易均匀地控制设备中风的流动。可独立地控制四个分开的导入通路中的冷风风量。第二冷风供给单元 4 和第三冷风供给单元 5 可配置于第一冷风供给单元 3 的下侧上,并且可构造为从水平和切线方向从设备的外周部供给冷风。

[0107] 从设备底部向接近第二喷嘴 10 延伸的圆筒状杆 (pole) 14 设置于设备轴中心部中。还将冷风导入杆 14 中,并且从杆 14 的外周表面排出冷风。构造杆 14 的出口部,以便在与从热风供给单元 2 供给的热风和从第一冷风供给单元 3、第二冷风供给单元 4 和第三冷风供给单元 5 供给的冷风的回旋方向基本上相同的方向(其中保持调色剂处理空间中的原料调色剂的回旋的方向)排出冷风。杆 14 的出口部的形状的实例包括狭缝状、百叶窗状、多孔板状和筛状。

[0108] 此外,为了防止调色剂颗粒的熔融,在原料供给单元 8 的外周部、设备外周部和热风供给单元 2 的内周部各自的附近设置冷却夹套。可将防冻剂例如冷却水或乙二醇导入到冷却夹套中。

[0109] 供给到设备中的热风优选在热风供给单元 2 的出口部具有 $100 \leq C \leq 450$ 的温度

C(°C)。当热风供给单元 2 的出口部中热风的温度在上述范围内时,可进行球形化处理,以使调色剂颗粒的粒径和圆形度基本上均匀同时防止调色剂颗粒由于过热而熔融和聚结。

[0110] 在第一冷风供给单元 3、第二冷风供给单元 4 和第三冷风供给单元 5 各自中的温度 E(°C) 优选为 $-20 \leq E \leq 40$ 。当各冷风供给单元中的温度在上述范围内时,可适当地冷却调色剂颗粒并可防止调色剂颗粒的熔融和聚结。

[0111] 冷却的调色剂颗粒通过调色剂排出口 13, 然后收集。鼓风机 20 配置于调色剂排出口 13 的下游侧, 并且通过鼓风机 20 抽吸和排出调色剂颗粒。调色剂排出口 13 配置于设备的底部从而与设备外周部水平。沿保持由从设备上游部到排出口 13 的回旋引起的流动的方向连接排出口 13。

[0112] 在热处理设备中, 压缩气体、热风 and 冷风 (其全部供给到设备) 的流量的总量 Q_{IN} 以及由鼓风机 20 抽吸的风量 Q_{OUT} 优选调节为满足关系 $Q_{IN} \leq Q_{OUT}$ 。当满足关系 $Q_{IN} \leq Q_{OUT}$ 时, 设备中的压力为负压力。因此, 喷出的调色剂颗粒容易排出到设备外, 由此防止调色剂颗粒过度接收热。结果, 可防止设备中聚结的调色剂颗粒的增加以及调色剂颗粒的熔融。

[0113] 本发明的调色剂可用作单组分显影剂。可选地, 为了进一步改善点再现性并为了获得长时间稳定的图像, 本发明的调色剂可与磁性载体混合并用作双组分显影剂。与调色剂组合使用的磁性载体具有优选 $3.2\text{g}/\text{cm}^3$ 以上且 $4.9\text{g}/\text{cm}^3$ 以下, 并更优选 $3.4\text{g}/\text{cm}^3$ 以上且 $4.2\text{g}/\text{cm}^3$ 以下的真比重。当磁性载体的真比重在上述范围内时, 在显影装置中搅拌显影剂期间施加的负荷降低, 并且抑制在高打印率 (打印比: 40% 以上) 的耐久期间的调色剂消耗。此外, 还抑制由调色剂的摩擦带电量降低引起的非图像区域起雾的发生。

[0114] 与本发明的调色剂组合使用的磁性载体优选具有 $30.0\mu\text{m}$ 以上且 $70.0\mu\text{m}$ 以下的基于体积分布的 50% 粒径 (D_{50})。当磁性载体的 50% 粒径 D_{50} 在上述范围内时, 稳定地获得调色剂的带电量。关于与本发明的调色剂组合使用的磁性载体的磁化量, 从保持显影性和耐久期间的稳定性的观点, 在 1,000 奥斯特磁场下测量的磁化强度 (σ 1000) 优选为 $15\text{Am}^2/\text{kg}(\text{emu}/\text{g})$ 以上且 $65\text{Am}^2/\text{kg}(\text{emu}/\text{g})$ 以下。

[0115] 磁性载体的实例包括金属例如铁、锂、钙、镁、镍、铜、锌、钴、锰、铬或稀土的颗粒; 其合金颗粒和氧化物颗粒; 磁性物质例如铁氧体; 以及包含磁性物质和以分散状态保持磁性物质的粘结剂树脂的分散有磁性物质的树脂载体 (所谓的树脂载体)。

[0116] 在将调色剂与磁性载体混合并用作双组分显影剂的情况下, 当显影剂中调色剂浓度为 2 质量 % 以上至 15 质量 % 以下, 并优选为 4 质量 % 以上至 13 质量 % 以下时, 获得良好结果。

[0117] 将描述电子照相设备中的图像形成方法。驱动电子照相感光构件 (图像承载构件), 从而以预定圆周速度旋转并且在旋转期间将其表面通过充电装置正或负带电 (充电步骤)。随后, 将电子照相感光构件通过曝光装置进行曝光 (例如狭缝曝光或激光束扫描曝光等)。因此, 对应于曝光图像的静电潜像在感光构件表面上形成 (潜像形成步骤)。将调色剂从显影套筒供给至承载静电潜像的电子照相感光构件, 从而使调色剂图像显影 (显影步骤)。将调色剂图像通过转印装置转印至转印材料 (转印步骤)。调色剂图像可以直接或者通过中间转印构件而转印至转印材料。转印材料从感光构件表面分离后, 将调色剂图像通过由图像定影装置供给的热和 / 或压力定影至转印材料, 并且转印材料作为复制件输

出至设备外。图像转印后,通过清洁装置除去电子照相感光构件表面上的转印残余调色剂(清洁步骤)。

[0118] 本发明的调色剂可用于包括刮板清洁步骤的图像形成方法,所述刮板清洁步骤中通过使刮板与图像承载构件表面接触而进行清洁。例如,在使用具有大平均圆形度并包含高比例的圆形度为 0.990 以上的调色剂颗粒的调色剂,例如包括通过悬浮聚合法获得的调色剂颗粒的调色剂的情况下,调色剂容易漏过图像承载构件和清洁刮板之间的间隙,从而清洁性不好。在该情况中,通过使用弹性变形率大的图像承载构件从而增加图像承载构件与清洁刮板之间的接触辊隙部的平均接触表面压力可改进初期清洁性。然而,耐久后,由于刮板振动使清洁性趋于降低。

[0119] 与此相对,在使用根据本发明调色剂的情况下,由于圆形度为 0.990 以上的颗粒的比例小,因此清洁性良好,从而能够使用弹性变形率相对低的图像承载构件。通常,当图像承载构件的弹性变形率低时,清洁性降低,但是图像承载构件的耐久性优异。在使用根据本发明的调色剂的情况下,能够使用具有相对低弹性变形率的图像承载构件,由此能够长期获得稳定的清洁性。此外,与通过已知粉碎法获得的调色剂的平均圆形度相比,根据本发明的调色剂具有更高的平均圆形度,因此除了清洁性以外本发明的调色剂的转印性和显影性也是优异的。

[0120] 图像承载构件表面的弹性变形率优选为 40% 以上且 70% 以下。在图像承载构件表面的弹性变形率在上述范围内时,图像承载构件表面不容易磨耗并且高度耐久。此外,不趋向于发生由于清洁刮板的摩擦阻力增加引起的清洁刮板振动和清洁刮板翘起(turning up)。图像承载构件表面的弹性变形率更优选为 45% 以上且 60% 以下。

[0121] 清洁刮板和感光构件之间的接触表面压力优选为 $10\text{kgf}/\text{cm}^2$ 以上且 $30\text{kgf}/\text{cm}^2$ 以下。为了使图像承载构件上的转印残余调色剂不容易通过与清洁刮板的间隙,优选增加清洁刮板和感光构件之间的接触表面压力。然而,如果清洁刮板和图像承载构件之间的压力过高,则耐久期间,特别是在高温高湿环境(温度 32.5°C ,湿度 80%RH)下,清洁刮板表面和图像承载构件表面之间的摩擦阻力增加和过度负荷施加至清洁刮板。如果过度负荷施加至清洁刮板,则可能发生清洁刮板边缘碎裂(chipping)或清洁刮板翘起,并可由清洁刮板的边缘碎裂或翘起引起不良清洁。随着电子照相感光构件上最外表面层材料的摩擦系数 μ 增加,趋于显著地发生该现象,这是因为清洁刮板和电子照相感光构件之间的摩擦阻力增加。

[0122] 图像承载构件表面可由通过将具有聚合性官能团的化合物聚合或交联而固化的树脂(下文中可以称作固化性树脂)组成。在该情况中,进一步改进图像承载构件的耐久性。交联方法的实例为包括以下的方法,在图像承载构件制备时使用的涂料中引入具有聚合性官能团的单体或低聚物,通过施涂该涂料形成膜,干燥该膜,此后,通过加热和施加放射线或电子束来引起膜的聚合。

[0123] 即使当清洁刮板的接触辊隙部的平均接触表面压力增加时,通过组合上述图像承载构件和根据本发明的调色剂也能够抑制清洁刮板摩擦阻力的增加。结果,能够抑制清洁刮板的振动和清洁刮板的翘起,并且通过充电辊和图像承载构件之间的放电电流能够刮掉电晕产物(NO_x 和臭氧)。因此,能够抑制由于电晕产物引起的图像缺陷。

[0124] 包含固化性树脂的表面可以具有电荷输送功能或不具有电荷输送功能。包含固化

性树脂的最外表面层具有电荷输送功能的情况下,处理最外表面层作为感光层的一部分。在最外表面层不具有电荷输送功能的情况下,最外表面层称作如下所述的保护层(或表面保护层),并且区别于感光层。

[0125] 关于图像承载构件的感光层的层结构,能够使用以下结构中的任一种:顺层层压结构,其中从导电性支持体侧依次层压电荷产生层和电荷输送层;逆层层压结构,其中从导电性支持体侧依次层压电荷输送层和电荷产生层;和包括分散有电荷产生材料和电荷输送材料的单层形成的结构。

[0126] 由单层组成的感光层中,在同一层中进行光载流子的产生和移动,感光层本身用作表面层。与此相对,由层压层组成的感光层具有将产生光载流子的电荷产生层和产生的载流子移动的电荷输送层层压的结构。

[0127] 最优选其中从导电性支持体侧依次层压电荷产生层和电荷输送层的顺层层压结构。

[0128] 在该情况下,图像承载构件可包括由包含固化性树脂的单层组成的用作最外表面层的电荷输送层。可选地,图像承载构件可包括具有包括非固化性第一层和用作最外表面层的固化性第二层的层压层结构的电荷输送层。优选这两种图像承载构件。

[0129] 在单层和层压层两种情况下,可在感光层上设置保护层。在该情况下,优选保护层包含固化性树脂。

[0130] 下面描述用于测量本发明的调色剂和调色剂原料的性质的方法。

[0131] 用于测量调色剂的平均圆形度、圆当量直径为 $0.50\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $1.98\ \mu\text{m}$ 的颗粒的数量百分比和圆形度为 0.990 以上的颗粒的数量百分比的方法

[0132] 将根据本发明调色剂的平均圆形度、圆当量直径为 $0.50\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $1.98\ \mu\text{m}$ 颗粒的数量百分比和圆形度为 0.990 以上颗粒的数量百分比用流式颗粒图像分析仪“FPIA-3000”(由 SYSMEX CORPORATION 生产)来测量。

[0133] 具体测量方法如下。首先,将已预先除去固体杂质等的约 20ml 离子交换水投入玻璃容器中。作为分散剂,添加约 0.2ml 稀释液至离子交换水,该稀释液通过用离子交换水稀释 Contaminon N(用于洗涤精密测量设备,包括非离子表面活性剂、阴离子表面活性剂和有机助洗剂并且 pH 为 7 的中性清洁剂的 10 质量%水溶液,由 Wako Pure Chemical Industries, Ltd. 生产)约 3 质量倍而制备。此外,向其添加约 0.02g 测量样品,并且通过使用超声波分散装置进行分散处理 2 分钟,从而制备测量用分散液。在该步骤中,适当进行冷却,使得分散液温度变为 10°C 以上且 40°C 以下。作为分散装置,使用具有振荡频率为 50kHz 和电输出为 150W 的桌上型超声波清洁和分散装置(例如,“VS-150”(由 VELVO-CLEAR 生产))作为分散装置。将预定量的离子交换水投入装置的水槽中并将约 2ml 的 Contaminon N 添加至该水槽。

[0134] 测量时,使用配置有标准物镜(10 倍)的上述流式颗粒图像分析仪,并且将 PARTICLE SHEATH(PSE-900A)(由 SYSMEX CORPORATION 生产)用作鞘液。将按照上述步骤制备的分散液引入至流式颗粒图像分析仪中,并且根据 HPF 测量模式中的总计数模式测量 3,000 个调色剂颗粒。然后,设定颗粒分析时的二值化阈值为 85%,规定要分析的粒径范围。由此,能够计算规定范围内颗粒的数量百分比(%)和颗粒的平均圆形度。关于调色剂的平均圆形度,设定基于圆当量直径的要分析粒径范围为 $1.98\ \mu\text{m}$ 以上且小于 $200.00\ \mu\text{m}$,

确定在此范围内的调色剂的平均圆形度。关于圆形度为 0.990 以上且 1.000 以下的颗粒比例,设定基于圆当量直径的要分析粒径的范围为 $1.98\mu\text{m}$ 以上且小于 $200.00\mu\text{m}$,由包含在此范围内的颗粒圆形度分布计算颗粒的数量百分比 (%)。关于圆当量直径为 $0.50\mu\text{m}$ 以上且小于 $1.98\mu\text{m}$ 的颗粒(小颗粒)的比例,将基于圆当量直径的要分析的粒径范围设定为 $0.50\mu\text{m}$ 以上且小于 $1.98\mu\text{m}$,并计算包含在 $0.50\mu\text{m}$ 以上且小于 $1.98\mu\text{m}$ 范围内的颗粒数量与包含在 $0.5\mu\text{m}$ 以上且小于 $200.00\mu\text{m}$ 范围内的颗粒数量的比 (%)。

[0135] 测量时,开始测量前使用标准胶乳颗粒(例如,用离子交换水稀释由 Duke Scientific Corporation 生产的 RESEARCH AND TEST PARTICLES Latex Microsphere Suspensions5200A)进行自动焦点调节。此后,在开始测量后每隔两小时进行焦点调节。

[0136] 本申请的实施例中,使用由 SYSMEX CORPORATION 校准和由 SYSMEX CORPORATION 颁发校准证书的流式颗粒图像分析仪。

[0137] 用于计算 P1 和 P2 的方法

[0138] 通过使用配备有通用 ATR 取样附件(Universal ATR sampling accessory)的傅里叶变换红外光谱仪(Perkin Elmer 的 Spectrum One)的 ATR 法测量 FT-IR 光谱。P1、P2 以及通过 P1 除以 P2 测定的比例 $[P1/P2]$ 的具体测量步骤和计算方法如下。

[0139] 红外光的入射角设定至 45° 。使用锗(Ge)ATR 晶体(折射率=4.0)和 KRS5ATR 晶体(折射率=2.4)作为 ATR 晶体。其它条件如下。

[0140] 范围

[0141] 开始: 4000cm^{-1}

[0142] 结束: 600cm^{-1} (Ge ATR 晶体), 400cm^{-1} (KRS5ATR 晶体)

[0143] 持续

[0144] 扫描数:16

[0145] 分辨率: 4.00cm^{-1}

[0146] 高级:进行 $\text{CO}_2/\text{H}_2\text{O}$ 校正

[0147] P1 的计算方法

[0148] (1) 将 Ge ATR 晶体(折射率=4.0)放置到光谱仪。

[0149] (2)“扫描类型”(Scan type)设为“背景(Background)”,和“单元”(Unit)设为“EGY”,并在这些条件下测量背景。

[0150] (3)“扫描类型”设为“样品”,并将“单元”设为“A”。

[0151] (4) 精确称取 0.01g 调色剂并放于 ATR 晶体上。

[0152] (5) 用压力臂施加压力至样品(“测力计”设定为 90)。

[0153] (6) 进行样品测量。

[0154] (7) 获得的 FT-IR 光谱进行“自动校正”中的基线校正。

[0155] (8) 计算 $2,843\text{cm}^{-1}$ 以上且 $2,853\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内吸收峰强度的最大值(Pa1)。

[0156] (9) 计算 $3,050\text{cm}^{-1}$ 处的吸收强度和 $2,600\text{cm}^{-1}$ 处的吸收强度的平均值(Pa2)。

[0157] (10) 通过从 Pa1 中减去 Pa2 计算的值定义为 Pa($\text{Pa1}-\text{Pa2}=\text{Pa}$)。该值 Pa 定义为在 $2,843\text{cm}^{-1}$ 以上且 $2,853\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度。

[0158] (11) 计算 $1,713\text{cm}^{-1}$ 以上且 $1,723\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的吸收峰强度的最大值(Pb1)。

- [0159] (12) 计算 $1,763\text{cm}^{-1}$ 处的吸收强度和 $1,630\text{cm}^{-1}$ 处的吸收强度的平均值 (Pb2)。
- [0160] (13) 通过从 Pb1 中减去 Pb2 计算的值定义为 Pb ($\text{Pb1}-\text{Pb2}=\text{Pb}$)。该值 Pb 定义为在 $1,713\text{cm}^{-1}$ 以上且 $1,723\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度。
- [0161] (14) 通过 Pa 除以 Pb 计算的值定义为 P1 ($\text{Pa}/\text{Pb}=\text{P1}$)。
- [0162] P2 的计算方法
- [0163] (1) 将 KRS5ATR 晶体 (折射率 =2.4) 放置到光谱仪。
- [0164] (2) 精确称取 0.01g 调色剂并放于 ATR 晶体上。
- [0165] (3) 用压力臂施加压力至样品 (“测力计” 设定为 90)。
- [0166] (4) 进行样品测量。
- [0167] (5) 获得的 FT-IR 光谱进行 “自动校正” 中的基线校正。
- [0168] (6) 计算在 $2,843\text{cm}^{-1}$ 以上且 $2,853\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的吸收峰强度的最大值 (Pc1)。
- [0169] (7) 计算 $3,050\text{cm}^{-1}$ 处的吸收强度和 $2,600\text{cm}^{-1}$ 处的吸收强度的平均值 (Pc2)。
- [0170] (8) 通过从 Pc1 减去 Pc2 计算的值定义为 Pc ($\text{Pc1}-\text{Pc2}=\text{Pc}$)。将该值 Pc 定义为在 $2,843\text{cm}^{-1}$ 以上且 $2,853\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度。
- [0171] (9) 计算在 $1,713\text{cm}^{-1}$ 以上且 $1,723\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的吸收峰强度的最大值 (Pd1)。
- [0172] (10) 计算 $1,763\text{cm}^{-1}$ 处的吸收强度和 $1,630\text{cm}^{-1}$ 处的吸收强度的平均值 (Pd2)。
- [0173] (11) 通过从 Pd1 减去 Pd2 计算的值定义为 Pd ($\text{Pd1}-\text{Pd2}=\text{Pd}$)。将该值 Pd 定义为在 $1,713\text{cm}^{-1}$ 以上且 $1,723\text{cm}^{-1}$ 以下的范围内的最大吸收峰强度。
- [0174] (12) 通过 Pc 除以 Pd 计算的值定义为 P2 ($\text{Pc}/\text{Pd}=\text{P2}$)。
- [0175] P1/P2 的计算方法
- [0176] 使用如上所述测定的 P1 和 P2 计算比例 P1/P2。
- [0177] 用于测量树脂的重均分子量 (Mw) 和峰分子量 (Mp) 的方法
- [0178] 用凝胶渗透色谱法 (GPC) 测量树脂的重均分子量 (Mw) 和峰分子量 (Mp) 如下。
- [0179] 首先,在室温下将样品 (树脂) 经 24 小时的时间溶解至四氢呋喃 (THF) 中。然后将所得溶液用孔径为 $0.2\mu\text{m}$ 的耐溶剂性膜滤器 MAISHORI Disk (由 Tosoh Corporation 生产) 过滤从而制备样品溶液。调节样品溶液,使得可溶于 THF 的组分浓度变为约 0.8 质量 %。使用该样品溶液在以下条件下进行测量。
- [0180] 设备 :HLC8120GPC (检测器 :RI) (由 Tosoh Corporation 生产)
- [0181] 柱 :七连柱 Shodex KF-801、802、803、804、805、806 和 807 (由 SHOWA DENKO K. K. 生产)
- [0182] 洗脱液 :THF
- [0183] 流速 :1.0mL/ 分钟
- [0184] 炉温 :40.0℃
- [0185] 样品注入量 :0.10ml
- [0186] 计算样品的分子量时,使用通过使用标准聚苯乙烯树脂 (例如,商品名 TSK Standard Polystyrene F-850、F-450、F-288、F-128、F-80、F-40、F-20、F-10、F-4、F-2、F-1、A-5000、A-2500、A-1000 和 A-500,由 Tosoh Corporation 生产) 制作的分子量校准曲线。

[0187] 蜡的最大吸热峰的测量

[0188] 根据 ASTM D3418-82 用差示扫描量热仪 Q1000 (由 TA Instruments 生产) 来测量蜡的最大吸热峰。使用铟和锌的熔点进行设备检测部的温度校正, 并且使用铟的熔化热进行热量的校正。

[0189] 蜡的最大吸热峰的具体测量如下。

[0190] 准确称量约 5mg 蜡并且放入铝盘中。使用空铝盘用作参照。在 30℃ 至 200℃ 的测量温度范围和升温速度为 10℃ / 分钟下进行测量。测量时, 一次将温度升至 200℃, 然后降温至 30℃。随后再次升温。将该第二次升温过程中在温度范围 30℃ 至 200℃ 内的 DSC 曲线的最大吸热峰定义为蜡的 DSC 测量中吸热曲线的最大吸热峰。

[0191] 用于测量重均粒径 (D4) 和数均粒径 (D1) 的方法

[0192] 如下所述计算调色剂的重均粒径 (D4) 和数均粒径 (D1)。作为测量设备, 使用配置有 100 μm 口管并使用孔电阻抗法的精密粒度分布分析仪 Coulter Counter Multisizer3 (注册商标, 由 Beckman Coulter, Inc. 生产)。使用附带的专用软件 Beckman Coulter Multisizer3 的 3.51 版本 (由 Beckman Coulter, Inc. 生产) 用于设定测量条件和分析测量数据。用 25,000 个有效测量通道数进行测量。

[0193] 关于测量用电解水溶液, 可以使用通过将特级氯化钠溶解在离子交换水中以具有浓度为约 1 质量 % 而制备的溶液, 例如 "ISOTON II" (由 Beckman Coulter, Inc. 生产)。

[0194] 测量和分析前, 如下设定专用软件。

[0195] 在专用软件的 "标准操作方法 (SOM) 的变更" 画面中, 将控制模式中的总计数设定为 50,000 个颗粒, 测量次数设定为 1 次, Kd 值设定为通过使用 "标准颗粒 10.0 μm " (由 Beckman Coulter, Inc. 生产) 获得的值。阈值和噪音水平通过按下 "阈值 / 噪音水平测量按钮" 自动设定。此外, 电流设定为 1,600 μA , 增益设定为 2, 电解液设定为 ISOTON II, 并在 "测量后进行口管冲洗" 中选复选标记。

[0196] 在专用软件的 "从脉冲至粒径的转换设定" 画面中, 元件间隔 (bin interval) 设定为对数粒径, 粒径元件设定为 256 个粒径元件, 并且粒径范围设定为 2 μm 至 60 μm 的范围。

[0197] 现描述具体测量方法。

[0198] (1) 将约 200ml 上述电解水溶液投入专用于 Multisizer3 的 250ml 圆底玻璃烧杯中, 烧杯放置在样品台中, 用搅拌棒以 24 转 / 秒的速度进行逆时针方向搅拌。通过专用软件的 "口冲洗" 功能除去口管中的污垢和气泡。

[0199] (2) 将约 30ml 电解水溶液投入 100ml 平底玻璃烧杯中。作为分散剂, 将约 0.3ml 稀释液添加至电解水溶液, 所述稀释液通过用离子交换水稀释 "Contaminon N" (用于洗涤精密测量设备, 包含非离子表面活性剂、阴离子表面活性剂和有机助洗剂并且 pH 为 7 的中性清洁剂的 10 质量 % 水溶液, 由 Wako Pure Chemical Industries, Ltd. 生产) 约 3 质量倍而制备。

[0200] (3) 准备具有电输出为 120W 和包括振荡频率为 50kHz 相转移 180 度的两个振荡器的超声波分散装置 Ultrasonic Dispersion System Tetora150 (由 Nikkaki Bios Co., Ltd. 生产)。将约 3.3L 离子交换水投入超声波分散装置的水槽中, 并且将约 2ml Contaminon N 添加至水槽。

[0201] (4) 将上述 (2) 中的烧杯设定至超声波分散装置的烧杯固定孔中, 开动超声波分散装置。调节烧杯的高度位置使得烧杯中电解水溶液的液面的共振状态变为最大。

[0202] (5) 将约 10mg 调色剂逐渐添加至电解水溶液并在将超声波施加至 (4) 的烧杯中的电解水溶液的同时分散。随后, 超声波分散液处理进一步继续 60 秒。在超声波分散液期间, 适当调节水槽的水温至 10℃ 以上且 40℃ 以下。

[0203] (6) 将 (5) 的其中分散调色剂的电解水溶液使用移液管滴加至放置在样品台中的 (1) 的圆底烧杯使得测量浓度调节为约 5%。然后, 进行测量直至测量颗粒数量达到 50,000 个。

[0204] (7) 通过设备附带的专用软件分析测量数据, 从而计算重均粒径 (D4) 和数均粒径 (D1)。在该分析时, 当专用软件中设定 “图 / 体积 %” 时, “分析 / 体积统计值 (算术平均值)” 画面上的 “平均直径” 为重均粒径 (D4), 当专用软件中设定 “图 / 个数 %” 时, “分析 / 数量统计值 (算术平均值)” 画面上的 “平均直径” 为数均粒径 (D1)。

[0205] 细颗粒 (4.0 μm 以下颗粒) 的量的计算方法

[0206] 通过用上述 Multisizer3 进行测量然后分析数据来计算调色剂中基于数量的细颗粒 (4.0 μm 以下直径的颗粒) 的量 (个数 %)。

[0207] 调色剂中 4.0 μm 以下直径的颗粒基于个数的百分比通过以下步骤计算。首先, 在专用软件中, 设定 “图 / 个数 %”, 从而将测量结果图表表示为个数百分比的单位。接下来, 在 “格式 / 粒径 / 粒径统计” 画面上的粒径设定部分的 “<” 中选复选标记, 并在粒径设定部下面显示的粒径输入部中输入 “4”。“分析 / 数量统计值 (算术平均值)” 画面上 “<4 μm” 显示部的数值为调色剂中 4.0 μm 以下直径的颗粒的个数百分比。

[0208] 粗颗粒 (10.0 μm 以上颗粒) 的量的计算方法

[0209] 通过用上述 multisizer3 进行测量, 然后分析数据来计算调色剂中的粗颗粒 (10.0 μm 以上直径的颗粒) 基于体积的量 (体积 %)。调色剂中 10.0 μm 以上直径的颗粒基于体积的百分比通过以下步骤计算。首先, 在专用软件中, 设定 “图 / 体积 %”, 从而将测量结果的图表表示为体积百分比的单位。接下来, 在 “格式 / 粒径 / 粒径统计” 画面上粒径设定部分的 “>” 选复选标记, 在粒径设定部分下面显示的粒径输入部输入 “10”。在 “分析 / 数量统计值 (算术平均值)” 画面上 “>10 μm” 显示部中的数值为调色剂中 10.0 μm 以上直径的颗粒基于体积的百分比。

[0210] 磁性载体和磁性载体核材料的磁化强度的测量方法

[0211] 磁性载体和磁性载体核材料的磁化强度能够用振动磁场型磁特性测量设备 (振动样品磁力计) 或直流磁化特性记录设备 (B-H 示踪仪) 来测定。本发明的实施例中, 用振动磁场型磁特性测量设备 BHV-30 (由 Riken Denshi Co., Ltd. 生产) 通过以下步骤进行测量。

[0212] (1) 使用用载体充分紧密填充的圆筒状塑料容器作为样品。测量在容器中填充的载体的实际质量。随后, 将塑料容器中的磁性载体颗粒用瞬时粘合剂粘接使得磁性载体颗粒不移动。

[0213] (2) 使用标准样品校准 5,000/4 π (kA/m) 下的外部磁场轴和磁矩 (magnetization moment) 轴。

[0214] (3) 当扫描速度设定为 5 分钟 / 回线和施加 1,000/4 π (kA/m) 外部磁场时, 从获得

磁矩的回线 (loop) 测量磁化强度。基于这些结果,磁化强度除以样品质量,从而测定载体的磁化强度 (Am^2/kg)。

[0215] 磁性载体的基于体积分布的 50% 粒径 (D50) 的测量方法

[0216] 粒度分布用激光衍射 / 散射粒度分布分析仪 Microtrac MT3300EX (由 NIKKISO CO., LTD. 生产) 测量。安装干式测量用样品供给装置,即,一次性干式样品调节器 TurboTrac (由 NIKKISO CO., LTD. 生产) 以进行测量。关于 TurboTrac 的供给条件,集尘器用作真空源,风量设定为约 33 升 / 秒,压力设定为约 17kPa。通过软件自动进行控制。测定作为基于体积的累积值的 50% 粒径 (D50) 作为粒径。使用附带的软件 (版本 10.3.3-202D) 进行控制和分析。

[0217] 测量条件如下。

[0218] 清零 (Set Zero) 时间 :10 秒

[0219] 测量时间 :10 秒

[0220] 测量次数 :一次

[0221] 颗粒折射率 :1.81

[0222] 颗粒形状 :非球形

[0223] 测量上限 :1,408 μm

[0224] 测量下限 :0.243 μm

[0225] 测量环境 :室温和常湿环境 (23°C, 50%RH)

[0226] 磁性载体真比重的测量方法

[0227] 磁性载体的真比重用干式自动密度计 Accupyc1330 (由 Shimadzu Corporation 生产) 测量。首先,准确称量已在 23°C / 50%RH 环境下放置 24 小时的 5g 样品,并放入测量池 (10 cm^3) 中。将测量池放置在测量装置主体的样品室中。可通过将样品重量输入到主体并开始测量来进行自动测量。关于自动测量的条件,使用调节为 20.000psig ($2.392 \times 10^2 \text{kPa}$) 的氦气。样品室用氦气吹扫 10 次后,将其中样品室中的压力变为 0.005psig / 分钟 ($3.447 \times 10^{-2} \text{kPa} / \text{分钟}$) 的状态假定为平衡状态,重复用氦气吹扫样品室直至样品室中的压力变化达到平衡状态。测量平衡状态时主体的样品室的压力。可由达到平衡状态时的压力变化来计算样品体积。

[0228] 由于能够计算样品体积,因此能够通过下式计算样品的真比重。

[0229] 样品的真比重 (g/cm^3) = 样品重量 (g) / 样品体积 (cm^3)

[0230] 将通过重复此自动测量 5 次获得的值的平均值作为磁性载体和磁性核的真比重 (g/cm^3)。

[0231] 电子照相感光构件最外表面层的弹性变形率的测量

[0232] 弹性变形率 (%) 用显微硬度测量设备 Fischer Scope H100V (由 Fischer Instruments K.K. 生产) 测量。具体地,在温度为 25°C 和湿度为 50%RH 的环境中将达至 6mN 的负荷连续施加至相对面之间的角为 136° 的、并且设置于电子照相感光构件最外表面层的表面上的维氏棱锥金刚石压头,直接读取所述负荷下的压痕深度。从初期负荷为 0mN 直至最终负荷为 6mN 逐步进行测量 (273 个点,各点的保持时间为 0.1s)。

[0233] 基于当压头压入电子照相感光构件的最外表面层的表面中时由压头施加至电子照相感光构件的最外表面层的表面的功负荷 (workload) (能量),即,由于压头施加至电子

照相感光构件的最外表面层的表面的负荷增减引起的能量变化来测定弹性变形率。具体地,弹性变形率能够通过下式来确定。

[0234] 弹性变形率 (%) = $W_e / W_t \times 100$

[0235] 在上式中,“ W_t (nJ)”表示功的总量,“ W_e (nJ)”表示由弹性变形所作的功的量 (nJ)。

[0236] 实施例

[0237] 聚酯树脂 A 的生产例

[0238]

聚氧丙烯(2.2)-2,2-双(4-羟苯基)丙烷	55.1质量份
聚氧乙烯(2.2)-2,2-双(4-羟苯基)丙烷	19.3质量份
对苯二甲酸	8.0质量份
偏苯三酸酐	6.9质量份
富马酸	10.5质量份
钛酸四丁酯	0.2质量份

[0239] 将上述材料装入 4 升四颈玻璃烧瓶,将温度计、搅拌棒、冷凝器和氮气导入管安装到四颈烧瓶,并将烧瓶置于覆套式加热器中。接下来,烧瓶内部用氮气置换,然后进行搅拌的同时逐渐升温。在 180℃ 下进行搅拌的同时使所得反应混合物反应 4 小时。因此,获得聚酯树脂 A。关于由 GPC 测量的分子量,聚酯树脂 A 具有 5,000 的重均分子量 (M_w) 和 3,000 的峰分子量 (M_p)。聚酯树脂 A 具有 85℃ 的软化点。

[0240] 聚酯树脂 B 的生产例

[0241]

聚氧丙烯(2.2)-2,2-双(4-羟苯基)丙烷	40.0质量份
对苯二甲酸	55.0质量份
己二酸	1.0质量份
钛酸四丁酯	0.6质量份

[0242] 将上述材料装入 4 升四颈玻璃烧瓶。将温度计、搅拌棒、冷凝器和氮气导入管安装到四颈烧瓶,并将烧瓶置于覆套式加热器中。接下来,四颈烧瓶内部用氮气置换,然后进行搅拌的同时逐渐升温至 220℃,使所得反应混合物反应 8 小时。随后,向其添加 4.0 质量份 (0.021mol) 偏苯三酸酐,在 180℃ 下允许使所得反应混合物反应 4 小时,由此,获得聚酯树脂 B。关于由 GPC 测量的分子量,聚酯树脂 B 具有 300,000 的重均分子量 (M_w) 和 10,000 的峰分子量 (M_p)。聚酯树脂 B 具有 135℃ 的软化点。

[0243] 调色剂生产例 1

[0244]

聚酯树脂A	60质量份
聚酯树脂B	40质量份
费-托蜡(最大吸热峰的峰值温度78℃)	5质量份
3,5-二叔丁基水杨酸铝	0.5质量份
C.I.颜料蓝15:3	5.0质量份
疏水性二氧化硅颗粒1(用10质量%六甲基二硅氮烷表面处理, 数均粒径: 90nm)	2.0质量份

[0245] 将上述材料用亨舍尔混合机(型号 FM-75, 由 Mitsui Miike Kakoki K.K. 生产)混合, 然后用温度设定为 120℃ 的双螺杆捏合机(Model PCM-30, 由 Ikegai Corp. 生产)捏合。冷却所得捏合物, 并用锤磨机粗粉碎至 1mm 以下, 由此获得粗粉碎物。粗粉碎物用机械式粉碎机(T-250, 由 FREUND-TURBO CORPORATION 生产)来粉碎, 从而获得细粉碎物。使用利用康达效应(Coanda effect)的多级分级机将细粉碎物分级, 由此获得调色剂颗粒 1。

[0246] 接下来, 将 3.0 质量份疏水化二氧化硅细颗粒 1 添加至 100 质量份调色剂颗粒 1, 并用亨舍尔混合机(Model FM-75, 由 Mitsui Miike Kakoki K.K. 生产)混合所得混合物。由此, 获得添加细颗粒的调色剂颗粒 1。

[0247] 添加细颗粒的调色剂颗粒 1 用图 1 中所示的热处理设备进行表面处理, 从而获得表面处理的调色剂颗粒 1。

[0248] 设备的内径为 450mm。关于热风供给单元的出口部, 内径为 200mm 和外径为 300mm。导入热风通过整流叶片(rectifying blade)(角度: 50°, 叶片厚度: 1mm, 叶片数量: 36)。原料供给单元的第一喷嘴的棱线角(ridge angle)为 40°, 和第二喷嘴的棱线角为 60°。使用在其下端具有翘起部的第二喷嘴。由翘起部的棱线(ridge lines)形成的角度为 140° 和第二喷嘴的外径为 150mm。在该实施例中使用的热处理设备的热风供给单元和第一喷嘴彼此整合, 具有绝热结构, 并且覆有夹套。

[0249] 操作条件设定如下: 供给量(F)为 15kg/hr, 热风温度(T1)为 160℃, 热风风量(Q1)为 12.0m³/分钟, 冷风 1 的总量(Q2)为 4.0m³/分钟, 冷风 2 的总量(Q3)为 2.0m³/分钟, 压缩气体的风量(IJ)为 1.6m³/分钟, 和鼓风机的风量(Q4)为 22.0m³/分钟。

[0250] 再次用利用康达效应的多级分级机将所得表面处理的调色剂颗粒 1 分级。由此, 获得具有期望粒径的分级的表面处理的调色剂颗粒 1。

[0251] 接下来, 将 1.0 质量份氧化钛细颗粒(用 16 质量%异丁基三甲氧基硅烷表面处理, 数均粒径: 10nm)和 0.8 质量份疏水性二氧化硅细颗粒(用 10 质量%六甲基二硅氮烷表面处理, 数均粒径: 20nm)添加至 100 质量份分级的表面处理的调色剂颗粒 1。用亨舍尔混合机(Model FM-75, 由 Mitsui Miike Kakoki K.K. 生产)混合所得混合物从而获得调色剂 1。调色剂 1 的性质示于表 2 中。

[0252] 调色剂生产例 2 至 13 以及调色剂生产例 16 至 20

[0253] 除了将在调色剂生产例 1 中的调色剂配方和热处理设备的条件变为表 1 所示以外, 如调色剂生产例 1 获得调色剂 2 至 13 以及调色剂 16 至 20。调色剂 2 至 13 以及调色剂

16 至 20 的性质示于表 2 中。

[0254] 调色剂生产例 14 和 15

[0255] 在调色剂生产例 1 中,如表 1 所示改变调色剂配方。此外,在添加细颗粒的调色剂颗粒的热处理时,使用图 5 所示的热处理设备。在图 1 所示的热处理设备中,从基本上与设备水平的方向导入热风,而在图 5 所示的热处理设备中,从基本上垂直方向导入热风。另外,图 5 所示的热处理设备不包括在设备轴中心部的杆。因此,在图 5 所示的热处理设备中,与使用图 1 所示的热处理设备的情况相比,调色剂颗粒通过热处理空间的时间短并且施加的热也趋于不均匀。

[0256] 调色剂 14 和 15 的性质示于表 2 中。

[0257]

[0258] [表 2]
[0259]

表 1

	调色剂颗粒中预先包含的细颗粒		热处理前添加的细颗粒		使用的热处理设备	热处理条件	
	类型	添加量 (质量份)	类型	添加量 (质量份)		热风温度 (°C)	热风风量 (m³/min)
调色剂 1	疏水性二氧化硅细颗粒 1	2.0	疏水性二氧化硅细颗粒 1	3.0	图 1	160	12
调色剂 2	疏水性二氧化硅细颗粒 1	2.0	疏水性二氧化硅细颗粒 1	1.5	图 1	160	12
调色剂 3	疏水性二氧化硅细颗粒 1	2.0	疏水性二氧化硅细颗粒 1	3.0	图 1	170	12
调色剂 4	疏水性二氧化硅细颗粒 1	2.0	疏水性二氧化硅细颗粒 1	1.0	图 1	160	12
调色剂 5	疏水性二氧化硅细颗粒 1	2.0	疏水性二氧化硅细颗粒 1	1.0	图 1	170	12
调色剂 6	疏水性二氧化硅细颗粒 1	2.0	疏水性二氧化硅细颗粒 1	1.0	图 1	150	12
调色剂 7	疏水性二氧化硅细颗粒 1	0.5	疏水性二氧化硅细颗粒 1	2.0	图 1	160	12
调色剂 8	疏水性二氧化硅细颗粒 1	0.5	疏水性二氧化硅细颗粒 1	2.0	图 1	170	12
调色剂 9	疏水性二氧化硅细颗粒 1	0.5	疏水性二氧化硅细颗粒 1	2.0	图 1	180	12
调色剂 10	疏水性二氧化硅细颗粒 1	-	疏水性二氧化硅细颗粒 1	1.0	图 1	180	12
调色剂 11	疏水性二氧化硅细颗粒 1	2.0	-	-	图 1	150	12
调色剂 12	疏水性二氧化硅细颗粒 1	2.0	-	-	图 1	170	12
调色剂 13	疏水性二氧化硅细颗粒 1	0.5	-	-	图 1	180	12
调色剂 14	-	-	疏水性二氧化硅细颗粒 1	0.5	图 5	280	5
调色剂 15	-	-	疏水性二氧化硅细颗粒 1	0.5	图 5	240	5
调色剂 16	-	-	-	-	图 1	180	12
调色剂 17	-	-	疏水性二氧化硅细颗粒 1	0.5	图 1	220	12
调色剂 18	-	-	疏水性二氧化硅细颗粒 1	0.5	图 1	150	12
调色剂 19	疏水性二氧化硅细颗粒 1	2.0	疏水性二氧化硅细颗粒 1	3.0	图 1	130	12
调色剂 20	-	-	-	-	-	-	-

调色剂	Coulter Counter Multisizer III			FPIA-3000			ATR-IR
	D4 (μm)	4 μm 以下的颗粒 (个数%)	10 μm 以上的颗粒 (体积%)	平均圆 形度	具有 0.990 以 上圆形度的颗 粒(个数%)	0.50 μm 以上且 小于 1.98 μm 的 颗粒 (个数%)	P1/P2
调色剂 1	6.1	23.9	0.7	0.967	10.4	3	1.54
调色剂 2	6.1	24.5	0.6	0.965	10.1	7	1.55
调色剂 3	6.1	24.6	0.6	0.972	12.7	1	1.68
调色剂 4	6.1	24.8	0.7	0.964	15.3	8	1.55
调色剂 5	6.0	25.1	0.4	0.969	18.4	6	1.65
调色剂 6	6.1	24.9	0.5	0.962	10.3	9	1.42
调色剂 7	6.0	25.6	0.4	0.966	13.1	5	1.71
调色剂 8	6.1	25.1	0.5	0.97	18.2	4	1.84
调色剂 9	6.0	25.4	0.4	0.974	22.3	3	1.91
调色剂 10	6.1	25.1	0.8	0.974	24.2	5	1.98
调色剂 11	6.1	24.1	0.3	0.961	15.8	9	1.56
调色剂 12	6.0	23.9	0.2	0.965	19.8	9	1.73
调色剂 13	6.0	23.7	0.8	0.969	24.2	7	1.92
调色剂 14	6.0	25.8	0.6	0.967	27.7	20	2.55
调色剂 15	6.2	23.9	0.6	0.958	22.6	24	2.08
调色剂 16	6.1	25.4	0.7	0.968	24.2	7	2.06
调色剂 17	6.1	25.6	0.7	0.986	27.8	3	2.27
调色剂 18	6.0	24.8	0.6	0.962	12.9	11	2.05
调色剂 19	5.9	24.1	0.6	0.958	6.2	16	1.18
调色剂 20	5.9	23.8	0.5	0.945	1.1	28	0.98

[0260] 磁性载体生产例 1

[0261] 称量和混合步骤

[0262] 如下所述称量铁氧体原料。

[0263] • Fe_2O_3 : 59.8 质量 %

[0264] • MnCO_3 : 34.7 质量 %

[0265] • $\text{Mg}(\text{OH})_2$: 4.6 质量 %

[0266] • SrCO_3 : 0.9 质量 %

[0267] 随后, 在使用氧化锆球 (直径: 10mm) 的干式球磨机中研磨并混合这些材料两小时。

[0268] 煅烧步骤

[0269] 研磨并混合后, 在燃烧器式烧制炉中在 960℃ 下在大气中煅烧所得混合物 2 小时, 从而制备煅烧的铁氧体。

[0270] 研磨步骤

[0271] 用破碎机研磨煅烧的铁氧体至约 0.5mm。随后, 添加 35 质量份水至 100 质量份煅

烧的铁氧体,并使用氧化锆珠(直径 1.0mm)在湿式珠磨机中研磨所得混合物 5 小时。由此,获得铁氧体浆料。

[0272] 造粒步骤

[0273] 向铁氧体浆料,添加相对于 100 质量份煅烧的铁氧体为 1.5 质量份的作为粘结剂的聚乙烯醇,用喷雾干燥机(由 Ohkawara Kakohki Co.,Ltd. 生产)将所得混合物造粒为球形颗粒。

[0274] 烧制步骤

[0275] 在控制烧制气氛的同时,在氮气气氛中(氧气浓度 0.02 体积%)的电炉中在 1,050℃下进行烧制 4 小时。

[0276] 筛分步骤

[0277] 破碎聚集的颗粒,然后通过用开口为 250 μm 的筛来筛分破碎的颗粒来除去粗颗粒,从而获得核颗粒 1。

[0278] 涂布步骤

[0279] 硅酮清漆(silicone varnish) 75.8 质量份

[0280] (SR2410,由 Dow Corning Toray Co.,Ltd. 生产,固成分:20 质量%)

[0281] γ-氨丙基三乙氧基硅烷 1.5 质量份

[0282] 甲苯 22.7 质量份

[0283] 混合上述材料,从而获得树脂溶液 A。接下来,将 100 质量份核颗粒 1 投入通用混合机(由 DALTON CORPORATION 生产)中,并在减压下加热至温度为 50℃。以相当于 15 质量份填充树脂组分(相对于 100 质量份核颗粒 1)的量将树脂溶液 A 经 2 小时滴加到核颗粒 1,此外,在 50℃温度下搅拌所得混合物 1 小时。随后,升温至 80℃,从而除去溶剂。将所得样品转移至 Julia Mixer(TOKUJU CORPORATION 生产),并在 180℃下在氮气气氛中热处理 2 小时,然后将样品分级通过开口为 70 μm 的筛网,从而制备磁性核颗粒 1。

[0284] 接下来,100 质量份磁性核颗粒 1 投入诺塔混合机(由 Hosokawa Micron Corporation 生产)中,在螺杆旋转速度为 100 分钟⁻¹和旋转速度为 3.5 分钟⁻¹的条件下进行在搅拌的同时在减压下调节至 70℃。用甲苯稀释树脂溶液 A 以使其固成分变为 10 质量%,然后向其投入树脂溶液,以使涂布树脂组分的量变为相对于 100 质量份磁性核颗粒 1 为 0.5 质量份。经 2 小时进行溶剂的除去和涂布操作。然后升温至 180℃,并继续搅拌 2 小时。随后,降温至 70℃。将样品转移至通用混合机(由 DALTON CORPORATION 生产)。向其投入树脂溶液 A,以使涂布树脂组分的量变为相对于 100 质量份用作原料的磁性核颗粒 1 为 0.5 质量份。经 2 小时进行溶剂的除去和涂布操作。所得样品转移至 JuliaMixer(TOKUJU CORPORATION),在 180℃下在氮气气氛中热处理 4 小时。然后将样品分级通过开口为 70 μm 的筛网,从而获得磁性载体 1。所得磁性载体 1 的 D50 为 43.1 μm,真比重为 3.9g/cm³,1,000 奥斯特下磁性载体 1 的磁化量为 52.7Am²/kg。

[0285] 磁性载体生产例 2

[0286] 除了在磁性载体生产例 1 的烧制步骤中,将氧气浓度变为 0.3 体积%和将烧制温度变为 1,150℃以外,如磁性载体生产例 1 那样获得磁性载体 2。该磁性载体 2 的 D50 为 45.0 μm,真比重为 4.8g/cm³,1,000 奥斯特下磁性载体 2 的磁化量为 53.8Am²/kg。

[0287] 磁性载体生产例 3

[0288]

Fe_2O_3	62.8质量%
MnCO_3	7.7质量%
$\text{Mg}(\text{OH})_2$	15.6质量%
SrCO_3	13.9质量%

[0289] 除了在磁性载体生产例 1 的称量和混合步骤中,将原料变为上述原料,以及在烧制步骤中,在 1,300℃在大气中进行 4 小时烧制以外,如磁性载体生产例 1 那样获得磁性载体 3。所得磁性载体 3 的 D50 为 40.4 μm ,真比重为 3.6g/cm³,1,000 奥斯特下磁性载体 3 的磁化量为 52.1Am²/kg。

[0290] 电子照相感光构件生产例 1

[0291] 如下所述生产电子照相感光构件 1。首先,通过切削制备长度为 370mm、外径为 32mm 和壁厚度为 3mm 的铝圆筒体(由 JIS A3003 中规定的铝合金制成)。沿旋转轴方向测量的该圆筒体的表面粗糙度为 Rzjis=0.08 μm 。将圆筒体在包含清洁剂(商品名:Chemicohl CT,由 TOKIWA CHEMICAL INDUSTRIES CO.,LTD. 生产)的纯水中进行超声波清洁,随后,冲洗掉清洁剂,在纯水中进一步进行超声波清洁从而进行脱脂处理。

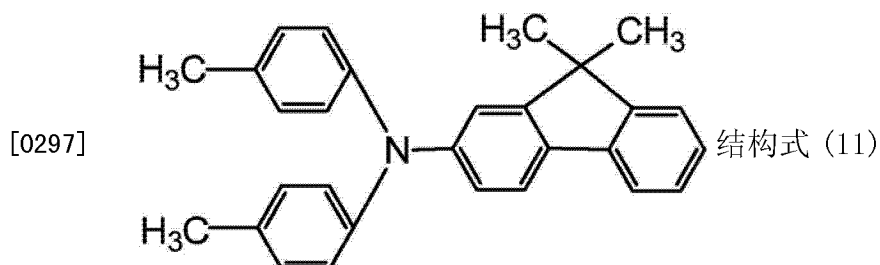
[0292] 将包含 60 质量份具有由掺杂有铈的氧化锡组成的涂膜的氧化钛粉末(商品名:KRONOS ECT-62,由 Titan Kogyo Ltd. 生产)、60 质量份氧化钛粉末(商品名:Titone SR-1T,由 Sakai Chemical Industry Co.,Ltd. 生产)、70 质量份可熔型酚醛树脂(商品名:PHENOLITE J-325,由 DIC Corporation 生产,固成分 70%)、50 质量份 2-甲氧基-1-丙醇和 50 质量份甲醇的浆料在球磨机中分散约 20 小时,从而获得分散液。该分散液中包含的填料的平均粒径为 0.25 μm 。

[0293] 将如上所述制备的分散液通过浸渍法施涂至铝圆筒体上。用分散液涂布的铝圆筒体在温度调节为 150℃的热风干燥机中加热和干燥 48 分钟从而固化分散液的涂膜。因此,形成厚度为 15 μm 的导电层。

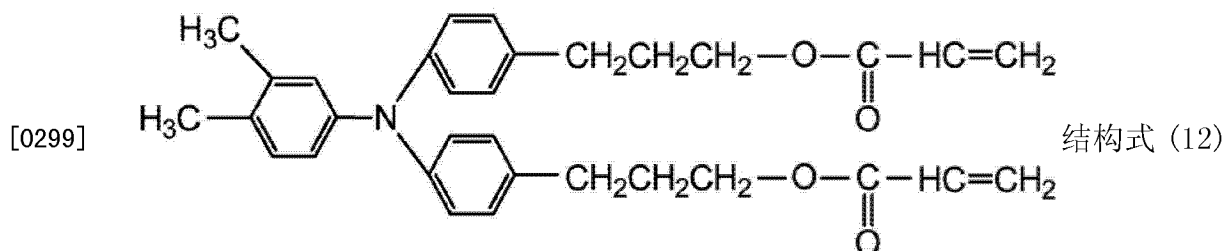
[0294] 接下来,将 10 质量份共聚尼龙树脂(商品名:AMILAN CM8000,由 Toray Industries,Ltd. 生产)和 30 质量份甲氧基甲基化尼龙树脂(商品名:TORESIN EF30T,由 Nagase ChemteX Corporation 生产)溶解在 500 质量份甲醇和 250 质量份丁醇的混合溶液中从而制备溶液。将该溶液通过浸渍施涂至导电层上。将用溶液涂布的铝圆筒体放入温度调节为 100℃的热风干燥机中 22 分钟,以通过加热和干燥而固化溶液的涂膜。因此,形成厚度为 0.45 μm 的底涂层。

[0295] 接下来,将包含 CuKa 射线衍射光谱中在布拉格角 $2\theta \pm 0.2^\circ$ 为 7.4° 和 28.2° 处具有强峰的 4 质量份羟基镓酞菁颜料、2 质量份聚乙烯醇缩丁醛树脂(商品名:S-LEC BX-1,由 Sekisui Chemical Co.,Ltd. 生产)和 90 质量份环己酮的混合溶液在使用直径为 1mm 玻璃珠的砂磨机中分散 10 小时。随后,将 110 质量份乙酸乙酯添加至所得混合溶液,从而制备电荷产生层用涂布液。将该涂布液通过浸渍施涂至底涂层。将用涂布液涂布的铝圆筒体放入温度调节为 80℃的热风干燥机中 22 分钟,以通过加热和干燥而固化涂布液的涂膜。由此,形成厚度为 0.17 μm 的电荷产生层。

[0296] 接下来,将 35 质量份由下述结构式 (11) 表示的三芳胺化合物和 50 质量份双酚 Z 型聚碳酸酯树脂(商品名:Lupilon Z400,由 Mitsubishi Engineering-Plastics Corporation 生产)溶解于 320 质量份单氯苯和 50 质量份二甲氧基甲烷中,从而制备第一电荷输送层用涂布液。将该涂布液通过浸渍施涂至电荷产生层。用涂布液涂布的铝圆筒体在温度调节为 100℃的热风干燥机中加热和干燥 40 分钟,以固化涂布液的涂膜。因此,形成厚度为 20 μm 的第一电荷输送层。



[0298] 随后,将由下述结构式 (12) 表示的 30 质量份具有聚合性官能团的空穴输送化合物溶解于 35 质量份 1-丙醇和 35 质量份 1,1,2,2,3,3,4-七氟环戊烷(商品名:ZEORORA H,由 ZEON Corporation 生产)中。然后用 0.5 μm PTFE 膜滤器压滤所得溶液。由此,制备用作固化性表面层的第二电荷输送层用涂布液。将该涂布液通过浸涂法施涂至第一电荷输送层上,从而形成用作固化性表面层的第二电荷输送层用涂膜。然后在氮气中在加速电压为 150kV 和剂量为 15kGy 的条件下用电子束照射涂膜,由此,获得具有固化涂膜的铝圆筒体(电子照相感光构件)。随后,在电子照相感光构件的温度变为 120℃的条件下进行热处理 90 秒。此时的氧气浓度为 10ppm。此外,将电子照相感光构件在温度调节为 100℃的热风干燥机中在大气中加热 20 分钟,从而形成厚度为 5 μm 的固化性表面层。所得图像承载构件 1 的弹性变形率为 55%。



[0300] 电子照相感光构件生产例 2

[0301] 除了将电子照相感光构件生产例 1 中的电子束照射条件变为在氮气中加速电压为 100kV 和剂量为 10kGy 以外,如电子照相感光构件生产例 1 那样获得图像承载构件。所得图像承载构件 2 的弹性变形率为 45%。

[0302] 电子照相感光构件生产例 3

[0303] 除了将电子照相感光构件生产例 1 中的电子束照射条件变为在氮气中加速电压为 200kV 和剂量为 20kGy 以外,如电子照相感光构件生产例 1 那样获得图像承载构件。所得图像承载构件 3 的弹性变形率为 65%。

[0304] 实施例 1 至 13 以及比较例 1 至 7

[0305] 通过组合如表 3 中所示的调色剂和磁性载体来制备双组分显影剂。通过添加相对于 90.0 质量份磁性载体为 10.0 质量份的调色剂并用 V 型混合机混合调色剂和磁性载体来

制备双组分显影剂。

[0306] 如上所述制备的显影剂装入下述显影装置和补给容器 (refill container) 中, 并将温度和湿度控制在室温和低湿环境 (温度 23℃, 湿度 4%RH) 或高温高湿环境 (温度 32.5℃, 湿度 80%RH) 下。

[0307] 如下所述改造数字全色复印机 Image Press C1 (由 CANON KABUSHIKI KAISHA 生产) 并用作评价机。

[0308] 将安装到上述机器的显影装置的图像承载构件取出, 并且用如上制备的图像承载构件 1 至 3 中任一个替换。将具有频率为 1.5kHz 和峰间电压 (V_{pp} 1.0kV) 的交流电压和直流电压 VDC 施加至显影套筒。此外, 改造清洁装置, 如表 3 中所示改变图像承载构件与清洁刮板之间的接触辊隙部的平均接触表面压力。此外, 使定影温度能够自由设定。原样使用原本安装至机器的清洁刮板。

[0309] 使用上述显影剂和评价机, 如下所述进行评价。使用激光束打印机纸 CS-814 (A4, 81.4g/m²) 作为转印材料。评价结果示于表 4 中。

[0310] 室温和低湿环境 (温度 23℃, 湿度 4%RH) 下的评价

[0311] 图像稳定性

[0312] 将显影装置和补给容器固定在机器中, 调节显影偏压以使感光构件上的调色剂的显影量变为 0.42g/cm², 并输出实心图像用于初期评价。

[0313] 接下来, 在供给恒定量的调色剂使得调色剂浓度保持恒定的同时, 输出 15,000 张 (15k) 打印率为 40% 的图像。15k 输出完成后, 进一步输出实心图像和测量实心图像的浓度。随后, 在供给恒定量的调色剂使得调色剂浓度保持恒定的同时, 进一步输出 15,000 张 (15k) 打印率为 1% 的图像。由此, 输出总计 30,000 张 (30k)。30k 输出完成后, 再次输出实心图像和测量实心图像的浓度。

[0314] 在各实心图像中, 用浓度计 X-Rite500 测量任意 5 点的浓度, 并将浓度的平均值定义为图像浓度。测定图像浓度变化率 D1-D15 和 D1-D30。其中 D1 表示初期图像浓度, D15 表示 15k 输出后的图像浓度, 和 D30 表示 30k 输出后的图像浓度。

[0315] D1-D15 的评价标准

[0316] A: 图像浓度变化率 D1-D15 为小于 0.05。

[0317] B: 图像浓度变化率 D1-D15 为 0.05 以上且小于 0.10。

[0318] C: 图像浓度变化率 D1-D15 为 0.10 以上且小于 0.15。

[0319] D: 图像浓度变化率 D1-D15 为 0.15 以上。

[0320] D1-D30 的评价标准

[0321] A: 图像浓度变化率 D1-D30 为小于 0.10。

[0322] B: 图像浓度变化率 D1-D30 为 0.10 以上且小于 0.15。

[0323] C: 图像浓度变化率 D1-D30 为 0.15 以上且小于 0.20。

[0324] D: 图像浓度变化率 D1-D30 为 0.20 以上且小于 0.25。

[0325] E: 图像浓度变化率 D1-D30 为 0.25 以上。

[0326] 高温高湿环境 (温度 32.5℃, 湿度 80%RH) 下的评价

[0327] 在温度为 32.5℃和湿度为 80%RH 的环境下设定显影偏压, 使得感光构件上施加的调色剂量变为 0.42g/cm²。关于初期评价, 如下所述进行非图像区域起雾的评价、清洁性评

价和转印残余的评价。

[0328] 接下来,在供给恒定量的调色剂使得调色剂浓度保持恒定的同时,输出 15,000 张 (15k) 打印率为 40% 的图像。15k 输出完成后,进行非图像区域起雾的评价和转印残余评价。

[0329] 随后,在供给恒定量的调色剂使得调色剂浓度保持恒定的同时,输出 15,000 张 (15k) 打印率为 1% 的图像。由此,输出总计 30,000 张 (30k)。30k 输出完成后,进行非图像区域起雾的评价和转印残余评价。

[0330] 非图像区域起雾的评价

[0331] 在初期阶段、15k 输出后和 30k 输出后输出空白图像。测量在距离转印材料末端 50mm 的位置处输出纸张 (即,转印材料) 的中央部的起雾浓度。从上述测量的起雾浓度减去输出前转印材料的浓度从而确定浓度差。基于下述评价标准评价初期阶段的起雾浓度差、输出 15k 后的起雾浓度差和输出 30k 后的起雾浓度差。用密度计 TC-6DS (由 Tokyo Denshoku Co., Ltd. 生产) 测量起雾浓度。

[0332] 初期阶段的评价标准

[0333] A:起雾浓度差为小于 0.5。

[0334] B:起雾浓度差为 0.5 以上且小于 1.0。

[0335] C:起雾浓度差为 1.0 以上且小于 2.0。

[0336] D:起雾浓度差为 2.0 以上。

[0337] 15k 输出后的评价标准

[0338] A:起雾浓度差为小于 1.0。

[0339] B:起雾浓度差为 1.0 以上且小于 1.5。

[0340] C:起雾浓度差为 1.5 以上且小于 2.5。

[0341] D:起雾浓度差为 2.5 以上。

[0342] 30k 输出后的评价标准

[0343] A:起雾浓度差为小于 1.0。

[0344] B:起雾浓度差为 1.0 以上且小于 1.5。

[0345] C:起雾浓度差为 1.5 以上且小于 2.5。

[0346] D:起雾浓度差为 2.5 以上。

[0347] 转印效率 (转印残余浓度)

[0348] 在初期阶段、15k 输出后和 30k 输出后输出实心图像。此时,显影期间终止运行,用透明聚酯粘带来剥离图像形成时感光鼓上的转印残余调色剂。通过从其上具有粘贴的剥离的粘合带的纸张的浓度减去其上仅具有粘贴的粘合带的纸张的浓度计算各样品的浓度差。基于下述评价标准进行评价。用 X-Rite 彩色反射浓度计 (500 系列) 测量转印残余浓度。

[0349] 初期阶段的评价标准

[0350] A:浓度差为小于 0.10。

[0351] B:浓度差为 0.10 以上且小于 0.15。

[0352] C:浓度差为 0.15 以上且小于 0.25

[0353] D:浓度差为 0.25 以上。

[0354] 15k 输出后的评价标准

- [0355] A:浓度差为小于 0.15。
- [0356] B:浓度差为 0.15 以上且小于 0.20。
- [0357] C:浓度差为 0.20 以上且小于 0.25。
- [0358] D:浓度差为 0.25 以上。
- [0359] 30k 输出后的评价标准
- [0360] A:浓度差为小于 0.15。
- [0361] B:浓度差为 0.15 以上且小于 0.20。
- [0362] C:浓度差为 0.20 以上且小于 0.30。
- [0363] D:浓度差为 0.30 以上。
- [0364] 清洁性评价
- [0365] 在 30k 输出后打印半色调图像,并通过目视观察进行评价。
- [0366] 评价标准
- [0367] A:没有形成污迹。
- [0368] B:形成微小污迹,但是没有实用上的问题。
- [0369] C:有些地方形成点状或线状污迹。
- [0370] D:显著地形成点状或线状污迹。
- [0371] 实施例 14 和 15
- [0372] 除了如表 3 所示改变使用的磁性载体以外,如实施例 2 评价图像稳定性、非图像区域的起雾和转印残余浓度。评价结果示于表 5。
- [0373] 通过改变磁性载体的真比重,抑制对磁性载体的调色剂消耗和改善由于调色剂带电量减少引起的非图像区域的起雾。认为本发明的调色剂具有良好的耐应力性,因此即使在改变磁性载体的真比重的情况下也抑制非图像区域起雾的劣化。
- [0374] 实施例 16 至 23
- [0375] 除了如表 3 中所示改变图像承载构件和图像承载构件与清洁刮板之间的接触辊隙部的平均接触表面压力以外,如实施例 2 评价输出大量纸张前后的清洁性。评价结果在表 6 中所示。
- [0376] 尽管通过增加图像承载构件与清洁刮板之间的接触辊隙部的平均接触表面压力改善了初期阶段的清洁性,但在输出大量纸张后,由于清洁刮板的振动而在具有大弹性变形率的图像承载构件中清洁性趋于恶化。然而,通过使用本发明的调色剂,在输出大量纸张后抑制由于清洁刮板的振动引起的清洁性的劣化。因此,认为通过采用该图像形成方法能够实现延长寿命。
- [0377] [表 3]
- [0378]

实施例	调色剂	磁性载体	图像承载构件	弹性变形率 (%)	刮板的接触表面压力 (gf/cm ²)
实施例 1	调色剂 1	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
实施例 2	调色剂 2	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
实施例 3	调色剂 3	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
实施例 4	调色剂 4	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
实施例 5	调色剂 5	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
实施例 6	调色剂 6	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
实施例 7	调色剂 7	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
实施例 8	调色剂 8	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
实施例 9	调色剂 9	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
实施例 10	调色剂 10	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
实施例 11	调色剂 11	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
实施例 12	调色剂 12	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
实施例 13	调色剂 13	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
比较例 1	调色剂 14	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
比较例 2	调色剂 15	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
比较例 3	调色剂 16	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
比较例 4	调色剂 17	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
比较例 5	调色剂 18	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
比较例 6	调色剂 19	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20
比较例 7	调色剂 20	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	20

[0379] [表 3] (续)

[0380]

实施例	调色剂	磁性载体	图像承载构件	弹性变形率 (%)	刮板的接触表面压力 (gf/cm ²)
实施例 14	调色剂 2	磁性载体 3	图像承载构件 1	55	20
实施例 15	调色剂 2	磁性载体 1	图像承载构件 1	55	20
实施例 16	调色剂 2	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	10
实施例 17	调色剂 2	磁性载体 2	图像承载构件 1	55	30
实施例 18	调色剂 2	磁性载体 2	图像承载构件 2	45	10
实施例 19	调色剂 2	磁性载体 2	图像承载构件 2	45	20
实施例 20	调色剂 2	磁性载体 2	图像承载构件 2	45	30
实施例 21	调色剂 2	磁性载体 2	图像承载构件 3	65	10
实施例 22	调色剂 2	磁性载体 2	图像承载构件 3	65	20
实施例 23	调色剂 2	磁性载体 2	图像承载构件 3	65	30

[0381] [表 4]

[0382]

实施例	图像稳定性		起雾			转印残余			清洁性
	D1-D15	D1-D30	初期	15k 后	30k 后	初期	15k 后	30k 后	30k 后
实施例 1	A	A	A	A	A	A (0.07)	A (0.11)	B (0.18)	A
	0.02	0.04	0.2	0.5	0.8				
实施例 2	A	B	A	A	B	A (0.07)	A (0.13)	C (0.21)	A
	0.04	0.12	0.3	0.9	1.4				
实施例 3	A	A	A	A	A	A (0.06)	A (0.09)	B (0.15)	A
	0.02	0.05	0.3	0.5	0.8				
实施例 4	A	B	A	A	B	A (0.08)	A (0.12)	B (0.18)	C
	0.04	0.14	0.3	0.9	1.4				
实施例 5	A	B	A	A	B	A (0.06)	A (0.09)	B (0.15)	B
	0.03	0.14	0.4	0.8	1.3				
实施例 6	B	C	A	B	C	A (0.08)	B (0.15)	C (0.24)	B
	0.08	0.15	0.3	1.1	1.6				
实施例 7	A	B	A	A	B	A (0.07)	A (0.12)	B (0.19)	A
	0.04	0.12	0.3	0.8	1.3				
实施例 8	A	B	A	A	B	A (0.05)	A (0.09)	B (0.15)	B
	0.04	0.14	0.4	0.8	1.2				
实施例 9	A	B	A	A	B	A (0.04)	A (0.08)	A (0.12)	C
	0.03	0.13	0.3	0.7	1.1				
实施例 10	A	C	A	A	C	A (0.04)	A (0.07)	A (0.11)	C
	0.04	0.15	0.3	0.9	1.5				
实施例 11	B	C	A	B	C	A (0.09)	A (0.13)	C (0.22)	C
	0.09	0.19	0.3	1.1	1.6				
实施例 12	B	D	A	B	C	A (0.07)	A (0.09)	B (0.16)	C
	0.09	0.2	0.3	1.2	1.8				
实施例 13	B	D	A	B	C	A (0.05)	A (0.07)	A (0.12)	C
	0.05	0.22	0.3	1.1	1.9				
比较例 1	C	E	A	C	E	A (0.07)	A (0.09)	B (0.16)	D
	0.14	0.3	0.3	1.8	2.5				
比较例 2	C	E	A	C	E	B (0.13)	B (0.17)	D (0.30)	C
	0.14	0.28	0.3	1.9	2.5				
比较例 3	B	E	A	B	C	A (0.07)	A (0.09)	B (0.17)	D
	0.05	0.25	0.3	1.2	1.9				
比较例 4	A	D	A	A	B	A (0.03)	A (0.05)	A (0.07)	D
	0.04	0.22	0.4	0.8	1.4				
比较例 5	C	E	A	B	C	A (0.04)	A (0.11)	C (0.22)	D
	0.11	0.25	0.2	1.2	1.8				
比较例 6	C	C	A	B	C	B (0.13)	C (0.24)	D (0.32)	A
	0.11	0.15	0.2	1.4	1.6				
比较例 7	D	E	A	C	E	C (0.15)	D (0.25)	D (0.33)	A
	0.15	0.26	0.3	1.9	2.7				

[0383] [表 5]

[0384]

实施例	图像稳定性		起雾			转印残余		
	D1-D15	D1-D30	初期	15k 后	30k 后	初期	15k 后	30k 后
实施例 2	A	B	A	A	B	A (0.07)	A (0.13)	C (0.21)
	0.04	0.12	0.3	0.9	1.4			
实施例 14	A	C	A	C	C	A (0.07)	B (0.15)	C (0.23)
	0.05	0.15	0.3	1.5	1.9			
实施例 15	A	B	A	A	B	A (0.07)	A (0.09)	B (0.18)
	0.03	0.10	0.3	0.9	1.3			

[0385] [表 6]

实施例	清洁性	
	初期	30k 后
实施例 2	A	A
实施例 16	A	A
实施例 17	A	B
实施例 18	A	A
实施例 19	A	A
实施例 20	A	A
实施例 21	A	A
实施例 22	A	B
实施例 23	A	C

[0386]

[0387] 虽然参考示例性实施方案已描述了本发明,但应理解本发明并不局限于公开的示例性实施方案。以下权利要求书的范围符合最宽泛的解释以便涵盖所有此类改进以及等同结构和功能。

[0388] 本申请要求 2011 年 6 月 10 日提交的日本专利申请第 2011-130263 号的权益,在此以其整体将其并入以供参考。

[0389] 附图标记说明

- [0390] 1 热处理设备
- [0391] 2 热风供给单元
- [0392] 2A 气流调节部
- [0393] 3 第一冷风供给单元
- [0394] 3A 气流调节部
- [0395] 4 第二冷风供给单元
- [0396] 5 第三冷风供给单元
- [0397] 6 第一管状构件
- [0398] 7 第二管状构件
- [0399] 8 原料供给单元
- [0400] 9 第一喷嘴
- [0401] 10 第二喷嘴
- [0402] 10A 翘起部
- [0403] 10B 肋状物

-
- | | | |
|--------|----|---------------|
| [0404] | 13 | 收集单元 |
| [0405] | 14 | 杆 |
| [0406] | 15 | 压缩气体供给单元（喷射器） |
| [0407] | 16 | 原料定量供给器 |
| [0408] | 17 | 加热器 |
| [0409] | 19 | 原料收集单元（袋） |
| [0410] | 20 | 抽吸排出单元（鼓风机） |
| [0411] | 30 | 冷风供给装置 |

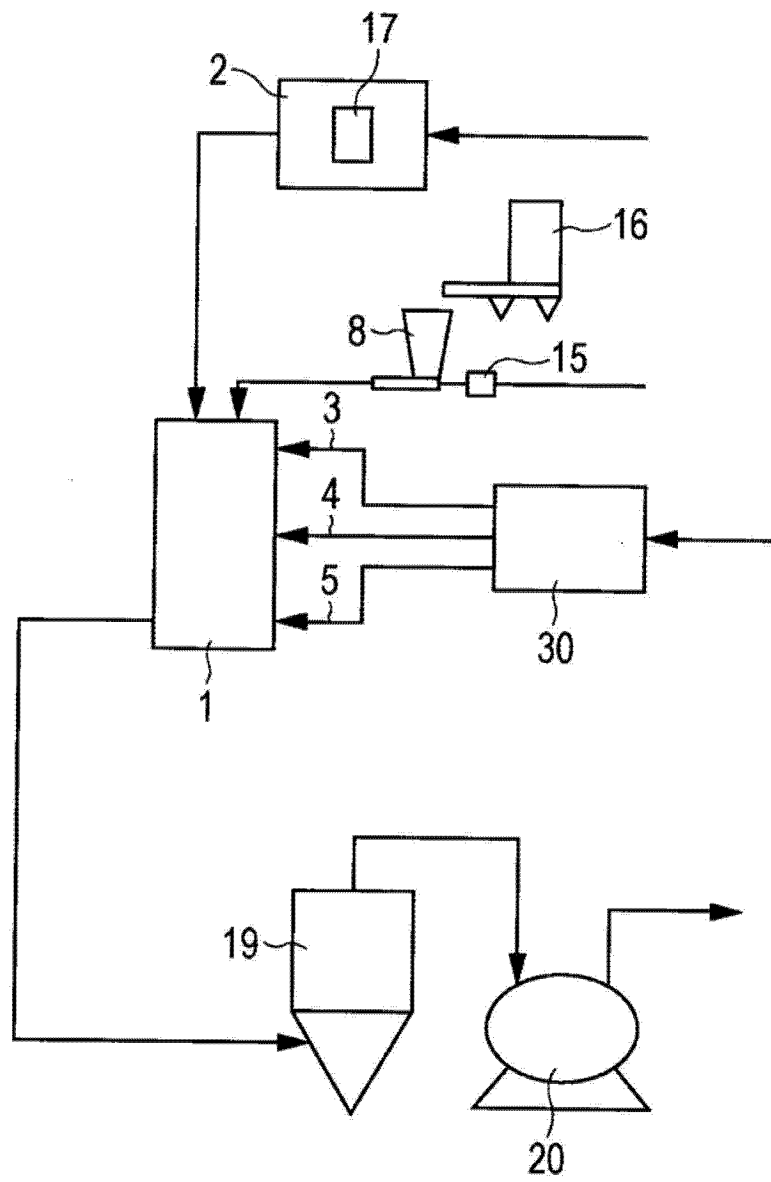


图 1

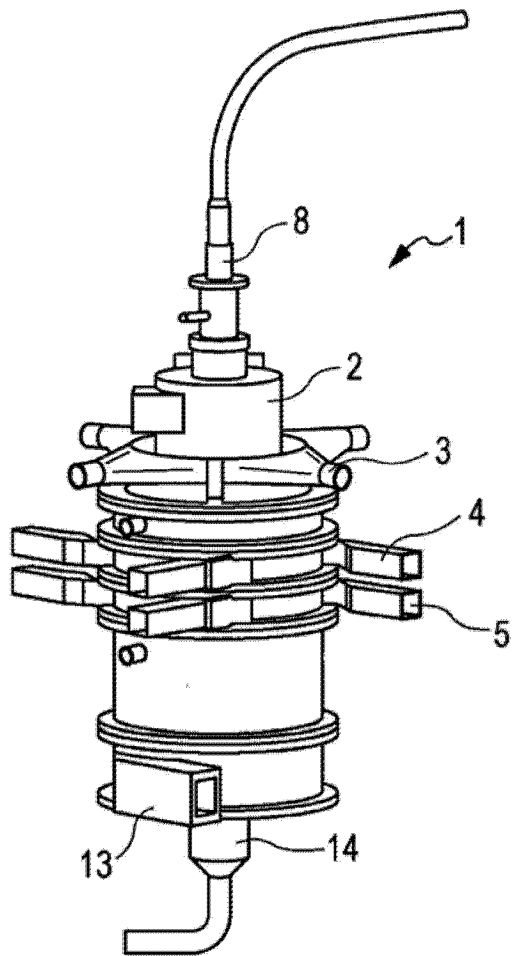


图 2A

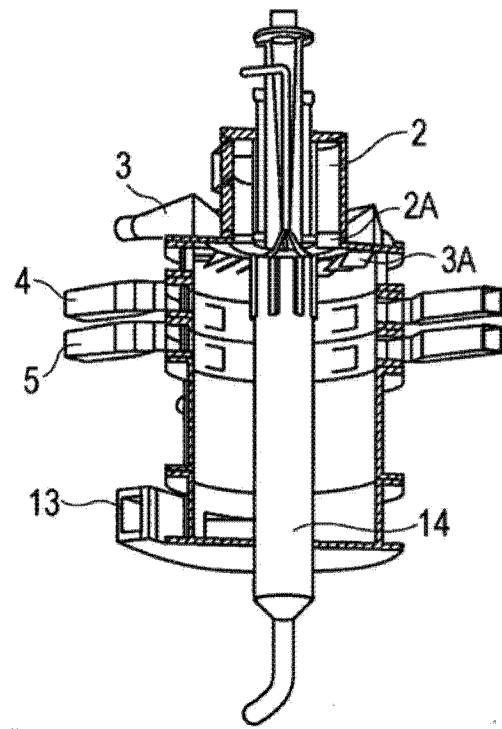


图 2B

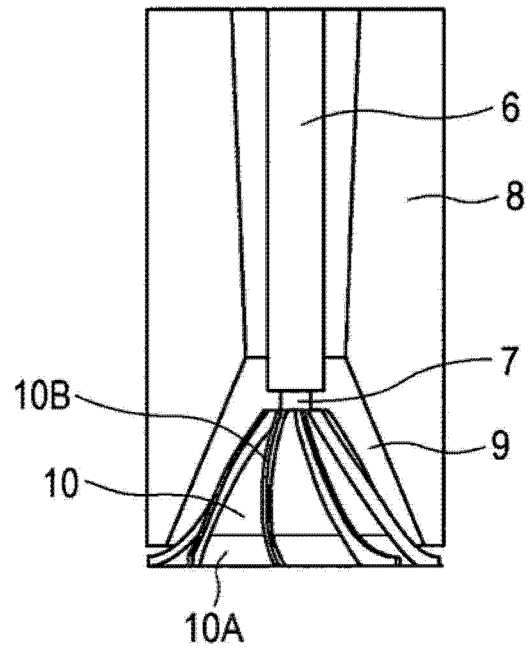


图 2C

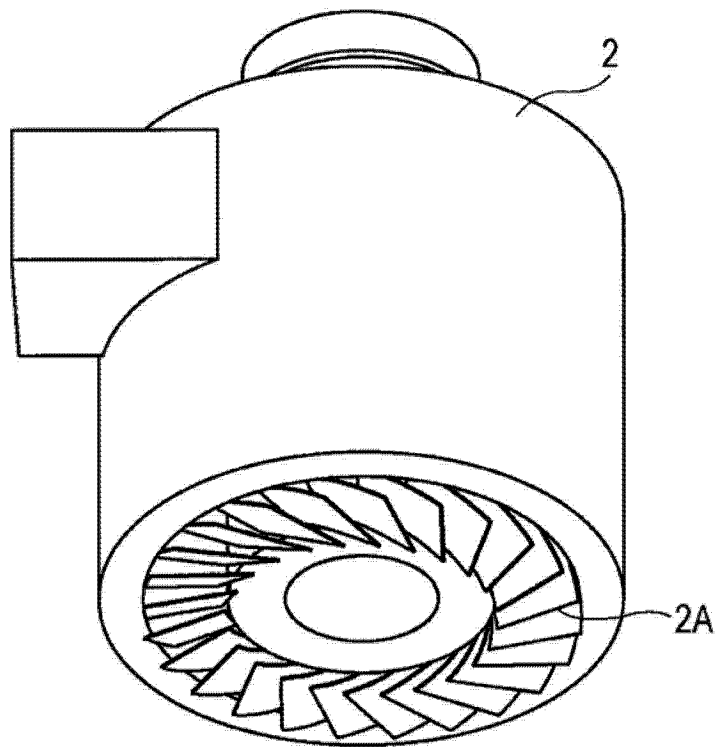


图 3

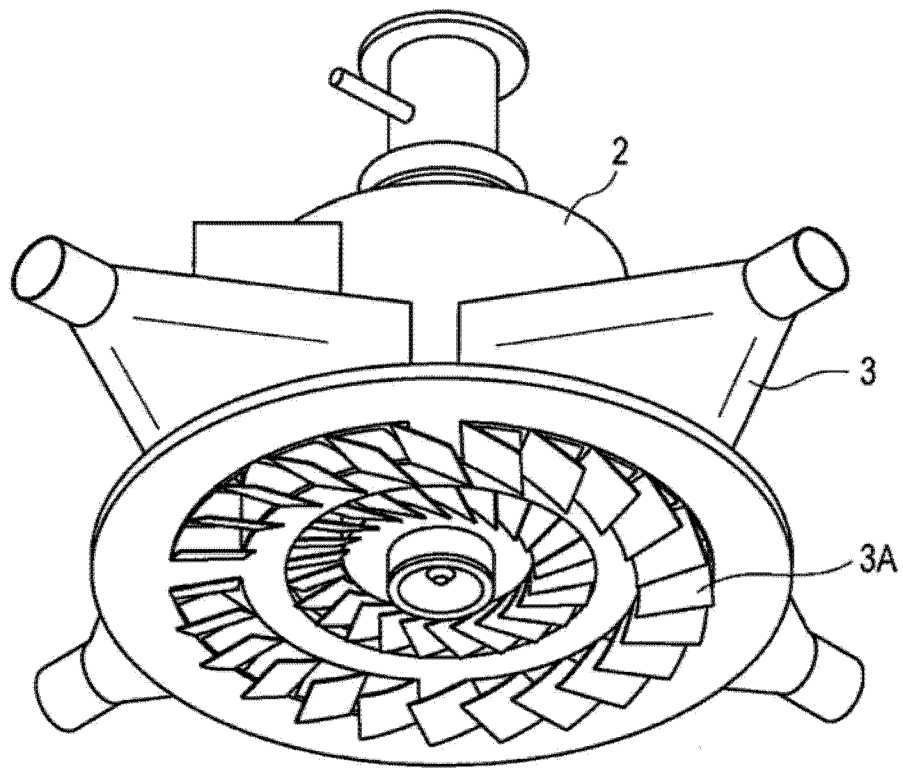


图 4

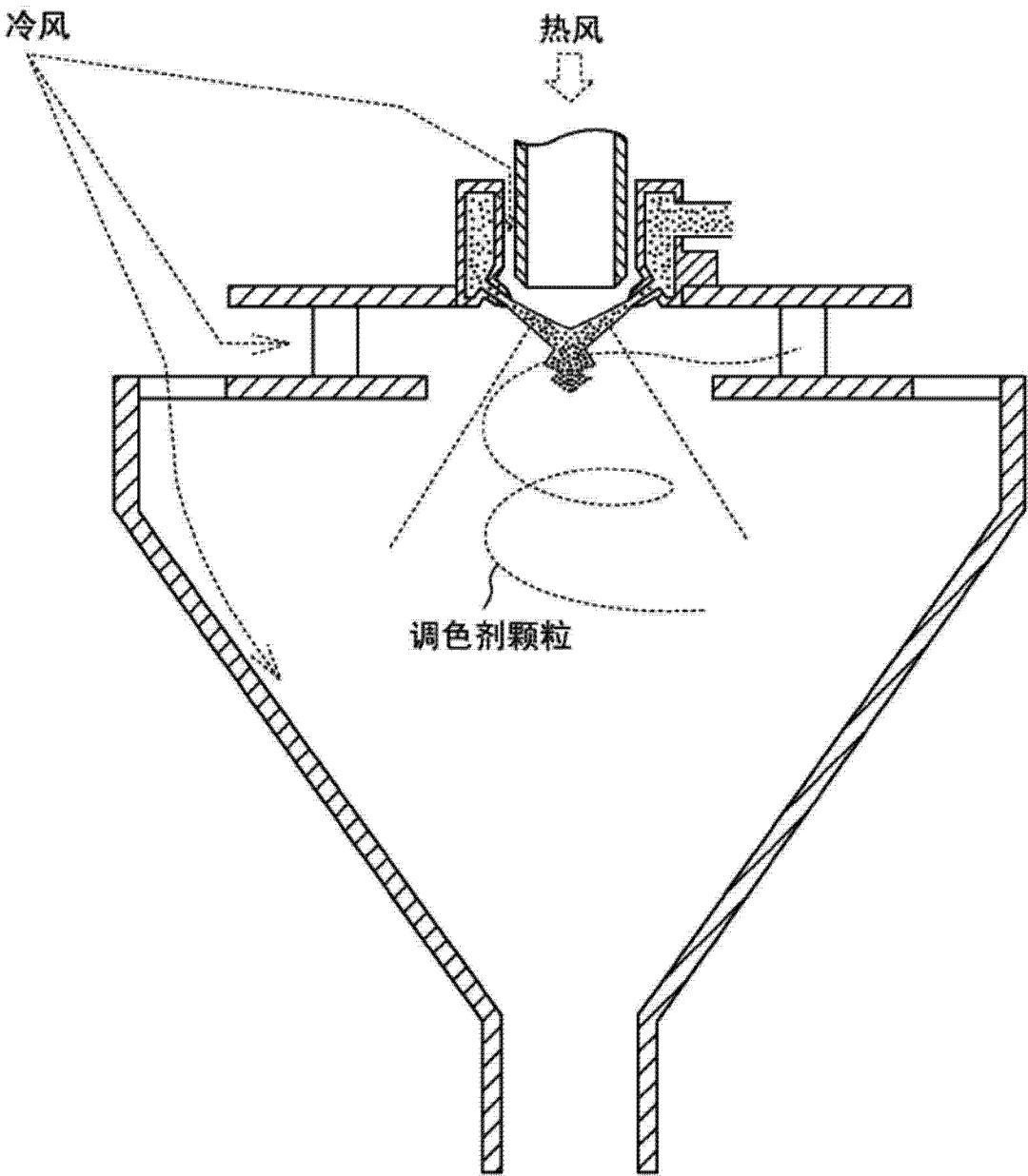


图 5