

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5339780号
(P5339780)

(45) 発行日 平成25年11月13日(2013.11.13)

(24) 登録日 平成25年8月16日(2013.8.16)

(51) Int. Cl. F I
GO3G 15/20 (2006.01) GO3G 15/20 515
GO3G 9/08 (2006.01) GO3G 9/08 365
 GO3G 9/08

請求項の数 11 (全 47 頁)

(21) 出願番号	特願2008-139137 (P2008-139137)	(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
(22) 出願日	平成20年5月28日(2008.5.28)	(74) 代理人	100096828 弁理士 渡辺 敬介
(65) 公開番号	特開2009-288381 (P2009-288381A)	(74) 代理人	100110870 弁理士 山口 芳広
(43) 公開日	平成21年12月10日(2009.12.10)	(72) 発明者	松井 崇 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
審査請求日	平成23年5月26日(2011.5.26)	(72) 発明者	中村 達哉 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】 画像形成方法および定着方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

静電潜像担持体を帯電手段により帯電する帯電工程、前記帯電された静電潜像担持体を露光して静電潜像を形成する露光工程、前記静電潜像をトナーで現像してトナー像を形成する現像工程、前記トナー像を中間転写体を介して、又は介さずに記録材へ転写する転写工程、前記トナー像を担持する記録材を加圧部材と回転可能な像加熱部材とで形成されるニップ部を通過させることにより加熱加圧定着する定着工程を有する画像形成方法において、

前記像加熱部材は内部に弾性層を有し、その外側に像加熱部材の単位面積あたりの熱容量が、 $100\text{ J/m}^2\text{K}$ 以上 $600\text{ J/m}^2\text{K}$ 以下の蓄熱層を有しており、

前記像加熱部材は、熱伝導率 5.0 W/mK 以上の熱伝導フィラーを含有し、

前記熱伝導フィラーはAl及び/又はZn化合物であり、

前記像加熱部材の表面をEPMA(電子線マイクロアナライザー)により測定した際の前記熱伝導フィラーに由来するアルミニウム元素および/または亜鉛元素の割合が、EPMAで検出される全元素量に対して $5.0\text{ 質量}\%$ 以上 $45.0\text{ 質量}\%$ 以下であり、

前記トナーは、結着樹脂、着色剤、エステル化合物、及び低融点物質を少なくとも有しており、

前記エステル化合物は4官能以上のエステル化合物であり、前記エステル化合物の融点を $T_m(A)$ 、前記低融点物質の融点を $T_m(B)$ とすると、

$$T_m(B) \quad T_m(A) + 5$$

を満たすことを特徴とする画像形成方法。

【請求項 2】

前記エステル化合物のスチレン - アクリル樹脂への溶解度 $S(A)$ が 2.5% 以下であることを特徴とする請求項 1 に記載の画像形成方法。

【請求項 3】

前記低融点物質のスチレン - アクリル樹脂への溶解度 $S(B)$ が 1.5% 以上 6.0% 以下であり、 $S(A) < S(B)$ であることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の画像形成方法。

【請求項 4】

前記エステル化合物の 40 におけるスチレンモノマーに対する溶解度が 5.0% 未満であることを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれかに記載の画像形成方法。

10

【請求項 5】

前記低融点物質の含有量が前記エステル化合物に対し、1.0 倍から 5.0 倍であることを特徴とする請求項 1 乃至 4 のいずれかに記載の画像形成方法。

【請求項 6】

前記エステル化合物の分子量が 1000 以上 2500 以下であることを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれかに記載の画像形成方法。

【請求項 7】

前記像加熱部材の R_z が $2.0 \mu m$ 以上 $20.0 \mu m$ 以下であることを特徴とする請求項 1 乃至 6 のいずれかに記載の画像形成方法。

20

【請求項 8】

前記蓄熱層の厚みが $50.0 \mu m$ 以上 $500.0 \mu m$ 以下であることを特徴とする請求項 1 乃至 7 のいずれかに記載の画像形成方法。

【請求項 9】

前記弾性層は熱伝導率が $0.15 W/mK$ 以下であることを特徴とする請求項 1 乃至 8 のいずれかに記載の画像形成方法。

【請求項 10】

前記像加熱部材は、トナー画像と接する面側から加熱されることを特徴とする請求項 1 乃至 9 のいずれかに記載の画像形成方法。

【請求項 11】

30

静電潜像担持体を帯電手段により帯電する帯電工程、前記帯電された静電潜像担持体を露光して静電潜像を形成する露光工程、前記静電潜像をトナーで現像してトナー像を形成する現像工程、前記トナー像を中間転写体を介して、又は介さずに記録材へ転写する転写工程、前記トナー像を担持する記録材を加圧部材と回転可能な像加熱部材とで形成されるニップ部を通過させることにより加熱加圧定着する定着工程を有する定着方法において、

前記像加熱部材は内部に弾性層を有し、その外側に像加熱部材の単位面積あたりの熱容量が、 $100 J/m^2K$ 以上 $600 J/m^2K$ 以下の蓄熱層を有しており、

前記像加熱部材は、熱伝導率 $5.0 W/mK$ 以上の熱伝導フィラーを含有し、

前記熱伝導フィラーは Al 及び / 又は Zn 化合物であり、

前記像加熱部材の表面を EPMA (電子線マイクロアナライザー) により測定した際の前記熱伝導フィラーに由来するアルミニウム元素および / または亜鉛元素の割合が、EPMA で検出される全元素量に対して 5.0 質量% 以上 45.0 質量% 以下であり、

40

前記トナーは、結着樹脂、着色剤、エステル化合物、及び低融点物質を少なくとも有しており、

前記エステル化合物は 4 官能以上のエステル化合物であり、前記エステル化合物の融点を $T_m(A)$ 、前記低融点物質の融点を $T_m(B)$ とすると、

$$T_m(B) = T_m(A) + 5$$

を満たすことを特徴とする定着方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

50

【0001】

本発明は電子写真法、静電記録法、磁気記録法などに用いられる画像形成方法、定着方法、およびトナーに関するものである。

【背景技術】

【0002】

従来、画像形成装置において、記録材上に形成担持させた未定着トナー画像を永久固着画像として加熱定着する装置としては接触加熱型の装置が汎用されている。この接触加熱型の定着装置は、記録材に接触する表面の温度を所定の定着温度に加熱した回転部材（以下、定着ローラと記す）を記録材に対してニップ部にて接触させて、記録材上の未定着トナー画像を永久固着画像として加熱定着するものである。

10

【0003】

定着ローラの加熱方式の一つとしては、内部加熱方式がある。これは、定着ローラの内部に加熱手段（加熱源：ヒータ等）を配設し、定着ローラを内側から加熱して定着ローラの表面を所定の定着温度に加熱するものである。しかし、内部加熱方式では、ローラ全体を加熱する必要があるため、オンデマンド性には劣る。

【0004】

オンデマンド性に対応するために、種々の検討がなされており、中でもフィルム加熱定着方式は有用な定着方式である。これは、フィルムを介してヒータを直接加熱する方式であるため、ヒータの熱を効率良く記録材に付与することが出来る。しかし、フィルム加熱定着はフィルムを使用するため、長期使用の際にフィルムが破れる、という不具合が生じることがある。

20

【0005】

こうした懸念点を払拭する新たな定着方法として、外部加熱方式（表面加熱方式）が検討されている。

【0006】

外部加熱方式の装置は、セラミックヒータやハロゲンヒータを内蔵した小径の加熱ローラなどの低熱容量の加熱手段により定着ローラを外側より加熱するため、定着ローラの表面を急激に昇温させることが可能である。そのため、内部加熱方式の装置に比べてウォームアップ時間や、プリント信号を受信してから未定着トナー画像が形成された記録材を加熱定着するまでの時間（以後、ファーストプリントアウトタイムと記す）を短縮できる。それらに伴ってオンデマンド性も高まるため、好ましい。

30

【0007】

外部加熱方式に関する技術として、例えば定着ローラの内部を断熱化し、且つ最表層は熱伝導フィラーを導入することで高熱伝導化するものがある（特許文献1, 2参照）。しかし、この技術によってウォームアップタイムの短縮がなされオンデマンド性は高まるものの、記録材の巻きつきや低温オフセットに対して、改善の余地を残している。

【0008】

巻きつきや低温オフセットを改善するために、特許文献3では、表層に離型性の高いPFA（テトラフルオロエチレンとパーフルオロアルキルビニルエーテルとの共重合体）を配置し、用紙への粘着性を低下させる技術が開示されている。しかし、PFA層を有するために熱量の伝達効率が下がり、定着温度が高くなると共にオンデマンド性が劣るものとなるため、更なる改善の余地がある。

40

【0009】

したがって、更に低い温度での定着を可能にし、オンデマンド性を改善できる画像形成方法、および定着方法が求められている。

【0010】

一方、従来からトナーの低温定着化については多くの検討がなされており、多官能エステルワックスを用いて低温定着性が改良できるとの報告がある（特許文献4, 5, 6参照）。また、スチレンに対する溶解度や分子量が規定された多官能エステルワックスを用いたトナーが提案されており、低温定着性に優れ、高解像度の画像を得ることができると報

50

告されている（特許文献7、8参照）。さらに、2種のワックスを併用し低温定着性が改良できるとの報告もある（特許文献9、10、11参照）。

【0011】

しかしながら、このようなトナーを用いても、オンデマンド性、低温定着性、さらには耐巻きつき性について、まだまだ改良の余地があった。

【0012】

【特許文献1】特開2004-317788号公報

【特許文献2】特開2007-121441号公報

【特許文献3】特開2004-86202号公報

【特許文献4】特開2000-19768号公報

【特許文献5】特開2006-98745号公報

【特許文献6】WO98/20396号公報

【特許文献7】WO01/001200号公報

【特許文献8】特開2001-147550号公報

【特許文献9】特開平11-218960号公報

【特許文献10】特開2002-72540号公報

【特許文献11】特開2002-72546号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0013】

本発明の目的は、上記の如き問題点を解決した画像形成方法、定着方法、およびトナーを提供することにある。

【0014】

従って、本発明の目的は優れた低温定着性、オンデマンド性、及び耐巻きつき性を達成できる画像形成方法、定着方法およびトナーを提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0015】

本発明は、以下の構成の画像形成方法および定着方法に関する。

【0016】

(1) 静電潜像担持体を帯電手段により帯電する帯電工程、前記帯電された静電潜像担持体を露光して静電潜像を形成する露光工程、前記静電潜像をトナーで現像してトナー像を形成する現像工程、前記トナー像を中間転写体を介して、又は介さずに記録材へ転写する転写工程、前記トナー像を担持する記録材を加圧部材と回転可能な像加熱部材とで形成されるニップ部を通過させることにより加熱加圧定着する定着工程を有する画像形成方法において、

前記像加熱部材は内部に弾性層を有し、その外側に像加熱部材の単位面積あたりの熱容量が、 $100 \text{ J/m}^2\text{K}$ 以上 $600 \text{ J/m}^2\text{K}$ 以下の蓄熱層を有しており、

前記像加熱部材は、熱伝導率 5.0 W/mK 以上の熱伝導フィラーを含有し、

前記熱伝導フィラーはAl及び/又はZn化合物であり、

前記像加熱部材の表面をEPMA（電子線マイクロアナライザー）により測定した際の前記熱伝導フィラーに由来するアルミニウム元素および/または亜鉛元素の割合が、EPMAで検出される全元素量に対して $5.0 \text{ 質量}\%$ 以上 $45.0 \text{ 質量}\%$ 以下であり、

前記トナーは、結着樹脂、着色剤、エステル化合物、及び低融点物質を少なくとも有しており、

前記エステル化合物は4官能以上のエステル化合物であり、前記エステル化合物の融点を $T_m(A)$ 、前記低融点物質の融点を $T_m(B)$ とすると、

$$T_m(B) = T_m(A) + 5$$

を満たすことを特徴とする画像形成方法。

【0017】

(2) 静電潜像担持体を帯電手段により帯電する帯電工程、前記帯電された静電潜像担

10

20

30

40

50

持体を露光して静電潜像を形成する露光工程、前記静電潜像をトナーで現像してトナー像を形成する現像工程、前記トナー像を中間転写体を介して、又は介さずに記録材へ転写する転写工程、前記トナー像を担持する記録材を加圧部材と回転可能な像加熱部材とで形成されるニップ部を通過させることにより加熱加圧定着する定着工程を有する定着方法において、

前記像加熱部材は内部に弾性層を有し、その外側に像加熱部材の単位面積あたりの熱容量が、 $100\text{ J/m}^2\text{ K}$ 以上 $600\text{ J/m}^2\text{ K}$ 以下の蓄熱層を有しており、

前記像加熱部材は、熱伝導率 5.0 W/m K 以上の熱伝導フィラーを含有し、

前記熱伝導フィラーはAl及び/又はZn化合物であり、

前記像加熱部材の表面をE P M A (電子線マイクロアナライザー)により測定した際の前記熱伝導フィラーに由来するアルミニウム元素および/または亜鉛元素の割合が、E P M Aで検出される全元素量に対して $5.0\text{ 質量}\%$ 以上 $45.0\text{ 質量}\%$ 以下であり、

前記トナーは、結着樹脂、着色剤、エステル化合物、及び低融点物質を少なくとも有しており、

前記エステル化合物は4官能以上のエステル化合物であり、前記エステル化合物の融点を $T_m(A)$ 、前記低融点物質の融点を $T_m(B)$ とすると、

$$T_m(B) \leq T_m(A) + 5$$

を満たすことを特徴とする定着方法。

【発明の効果】

【0019】

本発明によれば、低温定着性、オンデマンド性、及び耐巻きつき性に優れた画像形成方法、定着方法、およびトナーを提供出来る。

【発明を実施するための最良の形態】

【0020】

以下、本発明を詳細に説明する。

【0021】

本発明は、画像形成方法、定着方法及びトナーに関するものであり、像担持体を一様に帯電する帯電工程、帯電した像担持体を露光することで潜像を形成する潜像形成工程、静電潜像を現像してトナー画像を形成する現像工程、現像画像を記録材上に転写する転写工程に関しては、従来公知の電子写真プロセスが適用でき、特に限定されるものではない。

【0022】

本発明の画像形成方法は、静電潜像担持体を帯電手段により帯電する帯電工程、前記帯電された静電潜像担持体を露光して静電潜像を形成する露光工程、前記静電潜像をトナーで現像してトナー像を形成する現像工程、前記トナー像を中間転写体を介して、又は介さずに記録材へ転写する転写工程、前記トナー像を担持する記録材を加圧部材と回転可能な像加熱部材とで形成されるニップ部を通過させることにより加熱加圧定着する定着工程を有する画像形成方法において、

前記像加熱部材は内部に弾性層を有し、その外側に像加熱部材の単位面積あたりの熱容量が、 $100\text{ J/m}^2\text{ K}$ 以上 $600\text{ J/m}^2\text{ K}$ 以下の蓄熱層を有しており、

前記像加熱部材は、熱伝導率 5.0 W/m K 以上の熱伝導フィラーを含有し、

前記熱伝導フィラーはAl及び/又はZn化合物であり、

前記像加熱部材の表面をE P M A (電子線マイクロアナライザー)により測定した際の前記熱伝導フィラーに由来するアルミニウム元素および/または亜鉛元素の割合が、E P M Aで検出される全元素量に対して $5.0\text{ 質量}\%$ 以上 $45.0\text{ 質量}\%$ 以下であり、

前記トナーは、結着樹脂、着色剤、エステル化合物、及び低融点物質を少なくとも有しており、

前記エステル化合物は4官能以上のエステル化合物であり、前記エステル化合物の融点を $T_m(A)$ 、前記低融点物質の融点を $T_m(B)$ とすると、

$$T_m(B) \leq T_m(A) + 5$$

を満たすことを特徴とする。

【 0 0 2 3 】

また本発明の定着方法は、静電潜像担持体を帯電手段により帯電する帯電工程、前記帯電された静電潜像担持体を露光して静電潜像を形成する露光工程、前記静電潜像をトナーで現像してトナー像を形成する現像工程、前記トナー像を中間転写体を介して、又は介さずに記録材へ転写する転写工程、前記トナー像を担持する記録材を加圧部材と回転可能な像加熱部材とで形成されるニップ部を通過させることにより加熱加圧定着する定着工程を有する定着方法において、

前記像加熱部材は内部に弾性層を有し、その外側に像加熱部材の単位面積あたりの熱容量が、 $100\text{ J/m}^2\text{ K}$ 以上 $600\text{ J/m}^2\text{ K}$ 以下の蓄熱層を有しており、

前記像加熱部材は、熱伝導率 5.0 W/m K 以上の熱伝導フィラーを含有し、

前記熱伝導フィラーはAl及び/又はZn化合物であり、

前記像加熱部材の表面をEPMA（電子線マイクロアナライザー）により測定した際の前記熱伝導フィラーに由来するアルミニウム元素および/または亜鉛元素の割合が、EPMAで検出される全元素量に対して $5.0\text{ 質量}\%$ 以上 $45.0\text{ 質量}\%$ 以下であり、

前記トナーは、結着樹脂、着色剤、エステル化合物、及び低融点物質を少なくとも有しており、

前記エステル化合物は4官能以上のエステル化合物であり、前記エステル化合物の融点を $T_m(A)$ 、前記低融点物質の融点を $T_m(B)$ とすると、

$$T_m(B) \geq T_m(A) + 5$$

を満たすことを特徴とする。

【 0 0 2 4 】

また本発明のトナーは、静電潜像担持体を帯電手段により帯電する帯電工程、該帯電された静電潜像担持体を露光して静電潜像を形成する露光工程、該静電潜像をトナーで現像してトナー像を形成する現像工程、該トナー像を中間転写体を介して、又は介さずに記録材へ転写する転写工程、該トナー像を担持する記録材を加圧部材と回転可能な像加熱部材とで形成されるニップ部を通過させることにより加熱加圧定着する定着工程を有しており、

前記像加熱部材は内部に弾性層を有し、その外側に像加熱部材の単位面積あたりの熱容量が、 $100\text{ J/m}^2\text{ K}$ 以上 $600\text{ J/m}^2\text{ K}$ 以下の蓄熱層を有しており、

前記像加熱部材は、熱伝導率 5.0 W/m K 以上の熱伝導フィラーを含有し、

前記熱伝導フィラーはAl及び/又はZn化合物であり、

前記像加熱部材の表面をEPMA（電子線マイクロアナライザー）により測定した際の前記熱伝導フィラーに由来するアルミニウム元素および/または亜鉛元素の割合が、EPMAで検出される全元素量に対して $5.0\text{ 質量}\%$ 以上 $45.0\text{ 質量}\%$ 以下である画像形成方法に適応されるトナーであって、

前記トナーは、結着樹脂、着色剤、エステル化合物、及び低融点物質を少なくとも有しており、

前記エステル化合物は4官能以上のエステル化合物であり、前記エステル化合物の融点を $T_m(A)$ 、前記低融点物質の融点を $T_m(B)$ とすると、

$$T_m(B) \geq T_m(A) + 5$$

を満たすことを特徴とする。

【 0 0 2 5 】

本発明者らの検討によると、像加熱部材における蓄熱層は高い熱容量を持つと、定着時に記録材へ十分な熱量を付与出来るため、より低い温度での定着が可能になる。しかし、過剰な熱量はエネルギーロスに繋がってしまう。こうした熱量のロスも抑えつつ、十分な熱量を記録材へ付与するためには、蓄熱層の熱容量を高める必要があった。

【 0 0 2 6 】

具体的には蓄熱層の熱容量を $100\text{ J/m}^2\text{ K}$ 以上が必要であった。一方、熱容量が大きすぎると、像加熱部材表面の温度の上がり方が遅くなる。そのため、オンデマンド性に劣ると共に、定着に必要な熱量は増大してしまう。こうした弊害を無くすためには、蓄熱

10

20

30

40

50

層の熱容量は $600 \text{ J/m}^2\text{K}$ 以下とする必要があった。

【0027】

したがって、蓄熱層の熱量は $100 \text{ J/m}^2\text{K}$ 以上 $600 \text{ J/m}^2\text{K}$ 以下とすることが重要である。

【0028】

熱容量が $100 \text{ J/m}^2\text{K}$ 未満になると、放熱量が多くなると共に記録材に熱を奪われ易くなる。そのため、像加熱部材に付与する熱エネルギーは増大してしまう。 $600 \text{ J/m}^2\text{K}$ を超えると像加熱部材の温度上昇速度が低下し、ウォームアップタイムが延びるなどしてオンデマンド性に劣るため好ましくない。

【0029】

効率的に蓄熱層の熱容量を $100 \text{ J/m}^2\text{K}$ 以上 $600 \text{ J/m}^2\text{K}$ 以下にするためには、高い熱伝導率を有する熱伝導フィラーを含有する必要がある。

【0030】

具体的には熱伝導率 5.0 W/mK 以上の熱伝導フィラーを含有している。 5.0 W/mK 以上の熱伝導フィラーであると、効率的に蓄熱層に熱を伝えることができ、オンデマンド性、低温定着性が向上できる。

【0031】

5.0 W/mK 未満であると熱伝達効率の低下に伴って熱量ロスが増大し、オンデマンド性が低下し、定着温度は高まってしまうため好ましくない。

【0032】

本発明の熱伝導フィラーは、Al 及び/又は Zn 化合物である。Al 及び/又は Zn 化合物は、高い熱伝導性を有し、さらに蓄熱層中にて所望の分散状態が達成可能となるため、像加熱部材としてオンデマンド化、低温定着化が可能となる。

【0033】

さらに、本発明者らが検討していく中で、像加熱部材の表面近傍のフィラーの存在状態を制御することで、飛躍的にオンデマンド化、低温定着化が図れることが分かった。つまり、蓄熱層中のフィラーの分散性に傾斜を持たせ、像加熱部材の表面近傍にフィラーを多く存在させるようにする。そうすることでヒータからの熱を効率良く蓄熱できるようになり、従来の像加熱部材に比べて熱応答性が大幅に向上し、オンデマンド性、低温定着性を良化することができる。

【0034】

本発明者らは、熱応答性が向上し、オンデマンド性、低温定着性に優れた像加熱部材を得るためには、像加熱部材の表面を E P M A (電子線マイクロアナライザー) により測定した際の前記熱伝導フィラーに由来するアルミニウム元素および/または亜鉛元素の割合が、E P M A で検出される全元素量に対して 5.0 質量%以上 45.0 質量%以下にする必要があることを見出した。

【0035】

本発明において、像加熱部材表面近傍のフィラーの検出方法としては、E P M A を用いた。E P M A は表面から数 μm の深さまでに存在する元素を測定するものであり、検出される Al や Zn 元素は表面から数 μm までの深さに存在する熱伝導フィラー量と対応する。本発明者らの検討によると、E P M A 測定で検出される Al 及び/又は Zn の存在割合が、検出される全元素量に対して 5.0 質量%以上 45.0 質量%以下であると、熱伝導率および熱応答性が向上し、オンデマンド性、低温定着性に効果が得られた。より好ましくは、 10.0 質量%以上 40.0 質量%以下であると、熱伝導率および熱応答性がさらに向上する。

【0036】

5.0 質量%未満であると、像加熱部材表面近傍のフィラーが足りず、ヒータから受け取った熱量が像加熱部材に伝達されにくくなり、熱量のロスが生じるため、定着温度は上昇してしまう。一方、 45.0 質量%を超えると、熱伝導フィラー量が多いために像加熱部材とトナーとの付着力が高くなりすぎるため、トナーの巻きつき性が悪化してしまう。

10

20

30

40

50

【0037】

以上のように、本発明の像加熱部材は、熱伝導率および熱応答性が良化し、オンデマンド性、および低温定着性を向上させることが可能となる。しかし、一方で像加熱部材の表面にトナーと親和性が高いフィラーが多数存在するために、トナーとの離型性が低下し、巻きつき性が悪くなる傾向もある。

【0038】

そこで本発明では、巻きつき性を改善し、且つ低温定着性を向上させるために、画像形成方法に用いるトナーについて種々の検討を行った。

【0039】

その結果、オンデマンド性、低温定着性、および耐巻きつき性を達成するためには、本発明の画像形成方法に適用されるトナーは、トナー中にエステル化合物と低融点物質を存在させ、双方の融点の関係を高度に制御することが重要であることが分かった。

10

【0040】

そうすることで、トナーとしてのシャープメルト性が非常に良好になり、低温定着性、および離型性が向上する。さらに、本発明の画像形成方法と組み合わせることで、トナーを急激に加熱できるようになり、像加熱部材またはトナー単独では得られないオンデマンド性、低温定着性、および耐巻きつき性が達成可能となり本発明に至った。

【0041】

本発明者らはこの理由について、以下のように考えている。トナーの可塑性と離型性が十分であった時、本発明のような像加熱部材の表面状態であると、染み出したワックス量と熱伝導フィラー量のバランスが取れているため離型性に関しては十分な性能を保持できる。また、ヒータより得た熱を効率的にトナーに伝えることが可能となると共に、トナーが熱を得てから変形する速度が非常に早くなる。そのため、それらの相乗効果によって、大幅に定着温度を下げる事が可能になる。そうして、これまでにないオンデマンド性、低温定着性、および耐巻きつき性が達成可能となったものと考えている。

20

【0042】

すなわち、本発明のトナーは、結着樹脂、着色剤、エステル化合物、及び低融点物質を少なくとも有するトナーであり、前記エステル化合物は4官能以上のエステル化合物であり、前記エステル化合物の融点を $T_m(A)$ 、前記低融点物質の融点を $T_m(B)$ とすると $T_m(B) > T_m(A) + 5$ を満たすものである。

30

【0043】

一般的に、熔融定着において低温定着性をトナーで改良するためには、トナーの結着樹脂のガラス転移温度を低くする。もしくは、低融点物質(いわゆるワックス)を添加する等により設計される。しかし、本発明者らが従来製法により、低融点物質を添加した低いガラス転移温度を有するトナーを作製し、本発明を構成している外部加熱定着装置を用いて検討したところ、確かに定着開始温度が下がる兆候は認められたが、加熱部材の蓄えている熱により低融点物質が結着樹脂に染み込み、トナーの熔融粘度が低くなるためか、記録材が定着部材に巻きつく現象が生じ、定着可能な温度領域を殆ど有さない結果となった。

【0044】

上記問題を克服するために、本発明者らがさらに検討した結果、トナーの結着樹脂、4官能以上のエステル化合物、及び低融点物質の関係をコントロールすることで離型性に優れ、長期の使用においても高い画像濃度を得ることができ、さらに、低温定着性に優れ、像加熱装置のウォームアップタイムやファーストプリントアウトタイムを短縮し、消費電力が低減することができることが判明し、本発明に至った。

40

【0045】

まず、本発明に用いるエステル化合物であるが、4官能以上のエステル化合物であることから分子構造が嵩高い。このため、定着時に熱を受けて熔融しても結着樹脂中に染み込み難く、トナー表面に染み出しにくい傾向にある。よって、このようなエステル化合物を単独で用いた場合、十分な離型効果を得られずに良好な定着性は得られない。

50

【0046】

しかし、このようなエステル化合物と $T_m(B) - T_m(A) + 5$ の関係を満たす低融点物質を併用した場合、低温定着性、離型性は非常に良好なものとなる。この理由であるが、本発明者らは以下のように考えている。

【0047】

上記の如き、本発明に用いるエステル化合物は定着時に熱を受けて溶融しても結着樹脂に染み込まない。しかし、溶融しても結着樹脂に染み込まないと言うことは、トナー中で液芯構造に近い状態になっていると考えられる。このような場合、エステル化合物はトナーの外に染み出さないために離型性が悪いものの、トナーは定着時に圧を受けることにより非常に変形し易い状態であると考えられる。

10

【0048】

また、本発明のエステル化合物は嵩高い故に溶融すると体積膨張が他の化合物よりも大きいと考えられる。

【0049】

一方、本発明においては $T_m(B) - T_m(A) + 5$ の関係を満たす低融点物質（いわゆるワックス）も用いることが必須であるが、このような低融点物質とエステル化合物を併用する事によりはじめて非常に良好な低温定着性を達成できる。

【0050】

これはエステル化合物と低融点物質の融点が近い（もしくは低融点物質の融点が低い）ため、低融点物質が溶融したところにエステル化合物が溶融し、低融点物質を押し出すために良好な離型性を得ることができ、離型性がよくなることで定着部材とトナーが接触する時間が一定になり易く、濃度ムラが発生しにくくなり、また記録材が定着部材に巻きつきにくくなる。さらに、エステル化合物は結着樹脂に染み込まないために液芯構造に近い状態となり、定着時の圧を受けることによりトナーが変形し、メディアとのアンカーリングも良好に行われると考えられる。

20

【0051】

よって、良好な離型性とメディアへのアンカーリングの両者の効果により非常に良好な低温定着性を得ることが可能となると、本発明者らは考えている。

【0052】

また、本発明の如きエステル化合物は結晶化度が高く、シャープメルト性も高いことから離型性の低い像加熱部材においても適応性が高く、オンデマンド定着器にも好適に用いることができる。

30

【0053】

このような理由から、本発明のトナーは低融点物質と4官能以上のエステル化合物を含有しており、前記エステル化合物の融点を $T_m(A)$ 、前記低融点物質の融点を $T_m(B)$ とすると、 $T_m(B) - T_m(A) + 5$ を満たすことが重要である。

【0054】

また、本発明のエステル化合物がモノエステルやグリセリン、エリスリトール等の官能基数が少ないエステル化合物を用いた場合、樹脂への染み込みが生じやすくなり、上述の効果が得られにくく、定着性が劣るものとなる。

40

【0055】

次に、低融点物質であるが、融点がエステル化合物の融点よりも5以上高い場合、エステル化合物による押し出し効果が十分に得られにくく、良好な定着性が得られない。

【0056】

このような理由から、低融点物質の融点は $T_m(B) - T_m(A) + 5$ を満たすことが必須であり、より好ましくは $T_m(B) - T_m(A)$ である。

【0057】

本発明に用いるエステル化合物は、スチレン-アクリル樹脂への溶解度 $S(A)$ が2.5%以下であることが好ましく、より好ましくは1.0%以下である。スチレン-アクリル樹脂への溶解度 $S(A)$ が2.5%以下であると、定着時に樹脂への染み込みがより生

50

じ難くなり、定着性がより良好なものとなり好ましい。

【0058】

スチレン - アクリル樹脂への溶解度 $S(A)$ は用いるカルボン酸の炭素数やエステル結合数等にて調整可能である。

【0059】

本発明に用いるエステル化合物の40におけるスチレンモノマーに対する溶解度は5.0%未満であると、上記効果が顕著となり、更に好ましい。また、本トナーの製造に好適な懸濁重合法においてトナーを製造する場合、モノマーに対する溶解度が5.0%未満であると重合中に析出し易く、トナー中でコアを形成しやすいと考えられる。本発明においてエステル化合物の役割は上述の如きであり、トナー中ではしっかりしたコアを形成している方が効果としては大きく、定着性は良好なものとなると考えられる。よって、エステル化合物の40におけるスチレンモノマーに対する溶解度は5.0%未満であることが好ましい。

10

【0060】

本発明に用いる低融点物質は $T_m(B) = T_m(A) + 5$ の関係を満たす全ての公知のワックスを用いることが可能であるが、低融点物質のスチレン - アクリル樹脂への溶解度 $S(B)$ は1.5%以上6.0%以下であり、 $S(A) < S(B)$ であることが好ましい。

【0061】

この理由であるが、上述の如き、低融点物質は結着樹脂に染み込み、トナーの外部に染み出すことで定着性が良好なものとなる。このため、低融点物質のスチレン - アクリル樹脂への溶解度 $S(B)$ が1.5%以上であると、トナー外部への染み出し量が充分となり、良好な定着性が得られやすくなる。一方、低融点物質のスチレン - アクリル樹脂への溶解度 $S(B)$ が6.0%以下であるとトナー表面へのマイグレーション等が生じにくくなり、保存安定性が向上する。

20

【0062】

また、 $S(A) < S(B)$ であると、エステル化合物の押し出し効果がより顕著に発揮されるため、定着時に離型性が向上し好ましい。

【0063】

本発明に用いるエステル化合物はトナーの樹脂成分100質量部あたり2.0質量部以上20.0質量部以下であることが好ましい。

30

【0064】

エステル化合物が2.0質量部以上であると、低融点物質の押し出し効果や液芯構造によるトナーの変形が促進されやすくなる。

【0065】

一方、エステル化合物の量が20.0質量部以下であると、エステル化合物の分散性が向上し現像性が良化する傾向にある。

【0066】

また、本発明に用いる低融点物質の含有量は、エステル化合物の含有量に対し1.0から5.0倍であると低融点物質が効率的に染み出しやすくなり、良好な定着性を得ることが出来、好ましい。

40

【0067】

本発明に用いるエステル化合物の融点は70から90であることが好ましい。エステル化合物の融点が70以上であると、結着樹脂へ染み込みにくくなるため、良好な定着性が得られ易くなる。

【0068】

一方、エステル化合物の融点が90以下であると、トナー中での分散性が向上しやすくなり、良好な定着性が得られ易い。

【0069】

本発明に用いるエステル化合物の分子量は1000以上2500以下であることが好ま

50

しい。エステル化合物の分子量が1000以上であると結着樹脂に染み込みにくくなり易く、本発明の効果を発揮し易くなる。また、エステル化合物の分子量が2500以下であるとシャープメルト性が向上しやすくなる。

【0070】

本発明のトナーは、高画質化を達成すべくより微小な潜像ドットを忠実に現像するために、トナーの重量平均粒径(D4)は3μm以上12μm以下であることが好ましく、より好ましくは4μm以上9μm以下である。トナーの重量平均粒径(D4)が3μm以上であると、現像器内での規制がしやすくなり、均一な帯電性を得やすくなる。また、トナーの重量平均粒径(D4)が12μm以下であるとドット再現性が向上しやすくなり、高精細な画像が得られ易くなる。

10

【0071】

本発明のトナーは平均円形度が0.950以上であることが好ましい。トナーの平均円形度が0.950以上ではトナーの形状は球形又はこれに近い形になり、流動性に優れ均一な摩擦帯電性を得られやすく、高精細な画像が得られる。また、トナーの円形度分布において、モード円形度が0.98以上であると上記作用がより一層顕著になり、より好ましい。

【0072】

本発明のトナーは、トナーのテトラヒドロフラン(THF)可溶分のゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)により測定した分子量分布において、分子量1000から40000の範囲にメインピークのピークトップを有することが好ましい。さら

20

【0073】

本発明のトナーは樹脂成分のTHF不溶分を有し、樹脂成分100質量部に対しTHF不溶分は5.0質量%以上65.0質量%以下であることが好ましい。トナー中にTHF不溶分が存在することによりトナーの強度が増し、長期使用においてトナー劣化が生じ難く、長期使用においても高精彩な画像を得ることができる。

【0074】

また、定着時にトナーは定着器から受けた熱により溶融するが、THF不溶分を5.0質量%以上65.0質量%以下有することで溶融時でも適度な粘弾性を有することが可能となる。このため、定着時においても定着部材への巻きつきが生じにくくなり好ましい。

30

【0075】

なお、トナーの樹脂成分のTHF不溶分の測定は以下のようにして行うことが可能である。トナー1gを精秤して円筒ろ紙に仕込み、THF200mlにて20時間ソックスレー抽出する。その後円筒ろ紙を取り出し、40℃で20時間真空乾燥して残渣質量を測定し、下式より算出する。なお、トナーの樹脂成分とは、トナーから荷電制御剤、離型剤成分、外添剤、顔料、磁性体を除いた成分である。THF不溶分の測定時には、これらの含有物がTHFに可溶か不溶かを考慮して、樹脂成分を基準としたTHF不溶分を算出する。

40

$$\text{THF不溶分}(\%) = (W2 - W3) / (W1 - W3 - W4) \times 100$$

【0076】

ここで、W1はトナーの質量、W2は残渣質量、W3はトナーの樹脂成分以外のTHFに不溶な成分の質量、W4はトナーの樹脂成分以外のTHFに可溶な成分の質量である。

【0077】

トナーの樹脂成分のTHF不溶分は、用いる開始剤、架橋剤の種類、量等の組み合わせにより、任意に変えることが可能である。また、連鎖移動剤等を使用しても調整可能である。

【0078】

本発明に用いるエステル化合物は4官能以上のアルコール成分とカルボン酸成分から形

50

成されている。4官能以上のアルコール成分としてペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール、トリペンタエリスリトール、ペンタグリセロール等が用いられ、これらの中でもペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトールがより好ましく用いられる。

カルボン酸成分としては、ウンデカン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ノナデカン酸、アラキジン酸、ベヘン酸、リグノセリン酸、セロチン酸または更に長鎖のアルキル基を有する長鎖アルキルカルボン酸類の如き飽和脂肪酸；ブラシジン酸、エレオステアリン酸、バリナリン酸の如き不飽和脂肪酸が用いられる。これらの中でもアラキジン酸、ベヘン酸がより好ましく用いられる。

【0079】

本発明のエステル化合物の水酸基価は10mg KOH/g以下であり、酸価は10mg KOH/g以下である事が好ましい。

10

【0080】

水酸基価が10mg KOH/g以下であると、長期保存においてトナー表面へのマイグレーションが起こり難いため好ましい。

【0081】

また、酸価が10mg KOH/g以下であると、トナーの帯電量が安定し易くなる。

【0082】

本発明に用いる低融点物質は $T_m(B) = T_m(A) + 5$ の関係を満たす公知のワックスを使用できる。具体的には、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、ペトロラクタム等の石油系ワックス及びその誘導体；モンタンワックスおよびその誘導体；フィッシュアトロプシユ法による炭化水素ワックス及びその誘導体；ポリエチレンに代表されるポリオレフィンワックス及びその誘導体；カルナバワックス、キャンデリラワックス等天然ワックス及びその誘導体などである。ここで、誘導体は酸化物や、ビニル系モノマーとのブロック共重合体、グラフト変性物を含む。更には、高級脂肪族アルコール、ステアリン酸、パルミチン酸等の脂肪酸及びその化合物；酸アミドワックス、エステルワックス、ケトン、硬化ヒマシ油及びその誘導体；植物系ワックス；動物性ワックスなども使用できる。これら本発明に用いる低融点物質の種類は1種でもよく、複数種を併用しても良い。

20

【0083】

本発明のトナーに用いられる結着樹脂としては、ポリスチレン、ポリビニルトルエンなどのスチレン及びその置換体の単重合体；スチレン-プロピレン共重合体、スチレン-ビニルトルエン共重合体、スチレン-ビニルナフタリン共重合体、スチレン-アクリル酸メチル共重合体、スチレン-アクリル酸エチル共重合体、スチレン-アクリル酸ブチル共重合体、スチレン-アクリル酸オクチル共重合体、スチレン-アクリル酸ジメチルアミノエチル共重合体、スチレン-メタアクリル酸メチル共重合体、スチレン-メタアクリル酸エチル共重合体、スチレン-メタアクリル酸ブチル共重合体、スチレン-メタクリル酸ジメチルアミノエチル共重合体、スチレン-ビニルメチルエーテル共重合体、スチレン-ビニルエチルエーテル共重合体、スチレン-ビニルメチルケトン共重合体、スチレン-ブタジエン共重合体、スチレン-イソプレン共重合体、スチレン-マレイン酸共重合体、スチレン-マレイン酸エステル共重合体などのスチレン系共重合体；ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート、ポリ酢酸ビニル、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリビニルブチラール、シリコーン樹脂、ポリエステル樹脂、ポリアミド樹脂、エポキシ樹脂、ポリアクリル酸樹脂を用いることができ、これらは単独で又は複数種を組み合わせ用いることができる。この中でも特にスチレン系共重合体及びポリエステル樹脂が現像特性、定着性等の点で好ましい。

30

40

【0084】

本発明のトナーには、帯電特性向上のために必要に応じて荷電制御剤を配合しても良い。荷電制御剤としては、公知のものが利用できるが、帯電スピードが速く、且つ一定の帯電量を安定して維持できる荷電制御剤が特に好ましい。更に、トナーを後述するような重合法を用いて製造する場合には、重合阻害性が低く、水系分散媒体への可溶化物が実質的

50

にない荷電制御剤が特に好ましい。荷電制御剤のうち、ネガ系荷電制御剤として具体的な化合物として、サリチル酸、アルキルサリチル酸、ジアルキルサリチル酸、ナフトエ酸、ダイカルボン酸などの芳香族カルボン酸の金属化合物；アゾ染料又はアゾ顔料の金属塩又は金属錯体；スルホン酸又はカルボン酸基を側鎖に持つ高分子型化合物；ホウ素化合物；尿素化合物；ケイ素化合物；カリックスアレーン等が挙げられる。ポジ系荷電制御剤としては、四級アンモニウム塩、該四級アンモニウム塩を側鎖に有する高分子型化合物、グアニジン化合物、ニグロシン系化合物、イミダゾール化合物等が挙げられる。

【0085】

荷電制御剤をトナーに含有させる方法としては、トナー粒子内部に添加する方法と、懸濁重合によりトナーの製造を行う場合には、造粒前に重合性単量体組成物中に荷電制御剤を添加する方法が一般的である。また、水中で油液滴を形成し重合を行っている最中、又は重合後に荷電制御剤を溶解、懸濁させた重合性単量体を加えることによりシード重合を行い、トナー表面を均一に覆うことも可能である。また、荷電制御剤として有機金属化合物を用いる場合は、トナー粒子にこれら化合物を添加し、シェアをかけ混合・攪拌することにより導入することも可能である。

10

【0086】

これらの荷電制御剤の使用量は、結着樹脂の種類、他の添加剤の有無、分散方法を含めたトナー製造方法によって決定されるものであり一義的に限定されるものではない。しかし、トナー粒子に内部添加する場合、好ましくは結着樹脂100質量部に対して0.1から10質量部、より好ましくは0.1から5質量部の範囲で用いられる。また、トナー粒子に外部添加する場合、トナー100質量部に対し好ましくは0.005から1.0質量部、より好ましくは0.01から0.3質量部である。

20

【0087】

本発明のトナーは目的の色味に合わせた着色剤を含有する。本発明のトナーに用いられる着色剤としては公知の有機顔料又は染料、カーボンブラック、磁性粉体等のいずれも用いることができる。

【0088】

具体的には、シアン系着色剤として、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，C.I.ピグメントブルー7，C.I.ピグメントブルー15，C.I.ピグメントブルー15：1，C.I.ピグメントブルー15：2，C.I.ピグメントブルー15：3，C.I.ピグメントブルー15：4，C.I.ピグメントブルー60，C.I.ピグメントブルー62，C.I.ピグメントブルー66等が挙げられる。

30

【0089】

マゼンタ系着色剤としては、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，C.I.ピグメントレッド3，C.I.ピグメントレッド5，C.I.ピグメントレッド6，C.I.ピグメントレッド7，C.I.ピグメントバイオレット19，C.I.ピグメントレッド23，C.I.ピグメントレッド48：2，C.I.ピグメントレッド48：3，C.I.ピグメントレッド48：4，C.I.ピグメントレッド57：1，C.I.ピグメントレッド81：1，C.I.ピグメントレッド122，C.I.ピグメントレッド144，C.I.ピグメントレッド146，C.I.ピグメントレッド166，C.I.ピグメントレッド169，C.I.ピグメントレッド177，C.I.ピグメントレッド184，C.I.ピグメントレッド185，C.I.ピグメントレッド202，C.I.ピグメントレッド206，C.I.ピグメントレッド220，C.I.ピグメントレッド221，C.I.ピグメントレッド254等が挙げられる。

40

【0090】

イエロー系着色剤としては、縮合アゾ化合物，イソインドリノン化合物，アントラキノン化合物，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

50

られる。具体的には、C . I . ピグメントイエロー 1 2 , C . I . ピグメントイエロー 1 3 , C . I . ピグメントイエロー 1 4 , C . I . ピグメントイエロー 1 5 , C . I . ピグメントイエロー 1 7 , C . I . ピグメントイエロー 6 2 , C . I . ピグメントイエロー 7 4 , C . I . ピグメントイエロー 8 3 , C . I . ピグメントイエロー 9 3 , C . I . ピグメントイエロー 9 4 , C . I . ピグメントイエロー 9 5 , C . I . ピグメントイエロー 9 7 , C . I . ピグメントイエロー 1 0 9 , C . I . ピグメントイエロー 1 1 0 , C . I . ピグメントイエロー 1 1 1 , C . I . ピグメントイエロー 1 2 0 , C . I . ピグメントイエロー 1 2 7 , C . I . ピグメントイエロー 1 2 8 , C . I . ピグメントイエロー 1 2 9 , C . I . ピグメントイエロー 1 4 7 , C . I . ピグメントイエロー 1 5 1 , C . I . ピグメントイエロー 1 5 4 , C . I . ピグメントイエロー 1 6 8 , C . I . ピグメントイエロー 1 7 4 , C . I . ピグメントイエロー 1 7 5 , C . I . ピグメントイエロー 1 7 6 , C . I . ピグメントイエロー 1 8 0 , C . I . ピグメントイエロー 1 8 1 , C . I . ピグメントイエロー 1 9 1 , C . I . ピグメントイエロー 1 9 4 等が挙げられる。

10

【 0 0 9 1 】

これらの着色剤は、単独で又は2種以上を混合し、更には固溶体の状態でも用いることができる。本発明のトナーに用いられる着色剤は、色相角、彩度、明度、耐光性、OHP透明性、トナーへの分散性の点から適宜選択される。また、着色剤の添加量は、結着樹脂100質量部に対し1から20質量部が好ましい。

【 0 0 9 2 】

また、黒色着色剤としては、カーボンブラック、磁性粉体、上記イエロー/マゼンタ/シアン着色剤を用いて黒色に調色されたものが利用される。黒色着色剤としてカーボンブラックを用いた場合、その添加量は結着樹脂100質量部に対し1から20質量部用いることが好ましい。

20

【 0 0 9 3 】

また、本発明のトナーを磁性トナーとして用いる場合、着色剤として磁性粉体を用いることも可能である。黒色着色剤として磁性粉体を用いた場合、磁性粉体は結着樹脂100質量部に対して20から150質量部を用いることが好ましい。磁性粉体が結着樹脂100質量部に対して20質量部以上であると、トナーの着色力が高くなりやすく、カブリも抑えやすくなる。また、磁性粉体が結着樹脂100質量部に対して150質量部以下であると定着時の吸熱量が抑えやすくなり、定着性が向上する。

30

【 0 0 9 4 】

なお、トナー中の磁性粉体の含有量の測定は、パーキンエルマー社製熱分析装置、TGA7を用いて測定することができる。測定方法は以下の通りである。窒素雰囲気下において昇温速度25 /分 で常温から900 までトナーを加熱する。100 から750 まで間の減量質量%を結着樹脂量とし、残存質量を近似的に磁性粉体量とする。

【 0 0 9 5 】

本発明において重合法を用いてトナーを製造する場合、着色剤の持つ重合阻害性や水相移行性に注意を払う必要がある。そこで、着色剤は、表面改質、例えば、重合阻害のない物質による疎水化処理を施しておいたほうが良い。特に、染料やカーボンブラックは、重合阻害性を有するものが多いので使用の際に注意を要する。

40

【 0 0 9 6 】

カーボンブラックについては、カーボンブラックの表面官能基と反応する物質、例えば、ポリオルガノシロキサン等で処理を行っても良い。

【 0 0 9 7 】

本発明のトナーに磁性粉体を用いる場合、磁性粉体は、四三酸化鉄や -酸化鉄などの磁性酸化鉄を主成分とするものであり、リン、コバルト、ニッケル、銅、マグネシウム、マンガン、アルミニウム、珪素などの元素を含んでもよい。これら磁性粉体は、窒素吸着法によるBET比表面積が2から30 m² / gであることが好ましく、3から28 m² / gであることがより好ましい。また、モース硬度が5から7のものが好ましい。磁性粉体の形状としては、多面体、8面体、6面体、球形、針状、鱗片状などがあるが、多面体、8

50

面体、6面体、球形等の異方性の少ないものが、画像濃度を高める上で好ましい。

【0098】

磁性粉体は、体積平均粒径が0.10から0.40 μmであることが好ましい。体積平均粒径が0.10 μm以上であると黒色度が高くなりやすく、高品位な画像が得られ易くなる。また、体積平均粒径が0.40 μm以下では、着色力が向上するため好ましい。

【0099】

なお、磁性粉体の体積平均粒径は、透過型電子顕微鏡を用いて測定できる。具体的には、エポキシ樹脂中へ観察すべきトナー粒子を十分に分散させた後、温度40の雰囲気中で2日間硬化させ得られた硬化物を得る。得られた硬化物をミクロトームにより薄片状のサンプルとして、透過型電子顕微鏡(TEM)において1万倍乃至4万倍の拡大倍率の写

10

真で視野中の100個の磁性粉体粒子径を測定する。そして、磁性粉体の投影面積に等しい円の相当径を基に、体積平均粒径の算出を行う。また、画像解析装置により粒径を測定することも可能である。

【0100】

本発明のトナーに用いられる磁性粉体は、例えば下記の方法で製造することができる。第一鉄塩水溶液に、鉄成分に対して当量又は当量以上の水酸化ナトリウム等のアルカリを加え、水酸化第一鉄を含む水溶液を調製する。調製した水溶液のpHをpH7以上に維持しながら空気を吹き込み、水溶液を70以上に加温しながら水酸化第一鉄の酸化反応を行い、磁性酸化鉄粉体の芯となる種晶をまず生成する。

【0101】

次に、種晶を含むスラリー状の液に前に加えたアルカリの添加量を基準として約1当量の硫酸第一鉄を含む水溶液を加える。液のpHを5から10に維持しながら空気を吹き込みながら水酸化第一鉄の反応を進め、種晶を芯にして磁性酸化鉄粉体を成長させる。この時、任意のpH及び反応温度、攪拌条件を選択することにより、磁性粉体の形状及び磁気特性をコントロールすることが可能である。酸化反応が進むにつれて液のpHは酸性側に移行していくが、液のpHは5未満にしない方が好ましい。このようにして得られた磁性体を定法によりろ過、洗浄、乾燥することにより磁性粉体を得ることができる。

20

【0102】

また、本発明において重合法にてトナーを製造する場合、磁性粉体表面を疎水化処理することが非常に好ましい。乾式にて表面処理をする場合、洗浄・ろ過・乾燥した磁性粉体にカップリング剤処理を行う。湿式にて表面処理を行う場合、酸化反応終了後、乾燥させたものを再分散させる、又は酸化反応終了後、洗浄、濾過して得られた酸化鉄体を乾燥せずに別の水系媒体中に再分散させ、カップリング処理を行う。具体的には、再分散液を十分攪拌しながらシランカップリング剤を添加し、加水分解後温度を上げる、或いは、加水分解後に分散液のpHをアルカリ域に調整することでカップリング処理を行う。この中でも、均一な表面処理を行うという観点から、酸化反応終了後、ろ過、洗浄後に乾燥させずそのままスラリー化し、表面処理を行うことが好ましい。

30

【0103】

磁性粉体の表面処理を湿式で、すなわち水系媒体中において磁性粉体をカップリング剤で処理するには、まず水系媒体中で磁性粉体を一次粒径となるよう十分に分散させ、沈降、凝集しないように攪拌羽根等で攪拌する。次いで上記分散液に任意量のカップリグ剤を投入し、カップリング剤を加水分解しながら表面処理するが、この時も攪拌を行いつつピンミル、ラインミルなどの装置を使いながら凝集しないように十分に分散させつつ表面処理を行うことがより好ましい。

40

【0104】

ここで、水系媒体とは、水を主要成分としている媒体である。具体的には、水そのもの、水に少量の界面活性剤を添加したもの、水にpH調整剤を添加したもの、水に有機溶剤を添加したものが挙げられる。界面活性剤としては、ポリビニルアルコールなどのノンイオン系界面活性剤が好ましい。界面活性剤は、水に対して0.1から5.0質量%添加することが好ましい。pH調整剤としては、塩酸等の無機酸が挙げられる。有機溶剤として

50

はアルコール類等が挙げられる。

【0105】

本発明における磁性粉体の表面処理において使用できるカップリング剤としては、例えば、シランカップリング剤、チタンカップリング剤等が挙げられる。より好ましく用いられるのはシランカップリング剤であり、一般式(1)で示されるものである。



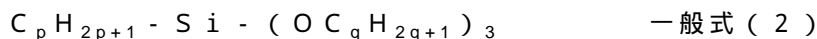
[式中、Rはアルコキシ基を示し、mは1から3の整数を示し、Yはアルキル基、ビニル基、エポキシ基、(メタ)アクリル基などの官能基を示し、nは1から3の整数を示す。但し、 $m+n=4$ である。]

【0106】

一般式(1)で示されるシランカップリング剤としては、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、ビニルトリス(-メトキシエトキシ)シラン、 - (3,4エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、 -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 -グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、 -アミノプロピルトリエトキシシラン、N-フェニル - -アミノプロピルトリメトキシシラン、 -メタクリロ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、ジメチルジメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、ジフェニルジメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、ジフェニルジエトキシシラン、n-ブチルトリメトキシシラン、イソブチルトリメトキシシラン、トリメチルメトキシシラン、n-ヘキシルトリメトキシシラン、n-オクチルトリメトキシシラン、n-オクチルトリエトキシシラン、n-デシルトリメトキシシラン、ヒドロキシプロピルトリメトキシシラン、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。

【0107】

この中で、高い疎水性を磁性粉体に付与するという観点では、下記一般式(2)で示されるアルキルトリアルコキシシランカップリング剤を用いることが好ましい。



[式中、pは2から20の整数を示し、qは1から3の整数を示す。]

【0108】

式中のpが2から20の整数(より好ましくは、3から15の整数)を示し、qが1から3の整数(より好ましくは、1又は2の整数)を示すアルキルトリアルコキシシランカップリング剤を使用することが好ましい。式中のpが2から20の整数(より好ましくは、3から15の整数)を示し、qが1から3の整数(より好ましくは、1又は2の整数)を示すと疎水性とトナー中での磁性体の分散性を向上しやすくなる。

【0109】

上記シランカップリング剤を用いる場合、単独で処理する、或いは複数の種類を併用して処理することが可能である。複数の種類を併用する場合、それぞれのカップリング剤で個別に処理してもよいし、同時に処理してもよい。

【0110】

用いるカップリング剤の総処理量は磁性粉体100質量部に対して0.9から3.0質量部であることが好ましく、磁性粉体の表面積、カップリング剤の反応性等に応じて処理剤の量を調整することが重要である。

【0111】

本発明では、磁性粉体以外に他の着色剤を併用しても良い。併用し得る着色剤としては、上記した公知の染料及び顔料の他、磁性又は非磁性の無機化合物が挙げられる。具体的には、コバルト、ニッケルなどの強磁性金属粒子、又はこれらにクロム、マンガン、銅、亜鉛、アルミニウム、希土類元素などを加えた合金。ヘマタイトなどの粒子、チタンブラック、ニグロシン染料/顔料、カーボンブラック、フタロシアニン等が挙げられる。これらもまた、表面を処理して用いることが好ましい。

【0112】

10

20

30

40

50

本発明のトナーのガラス転移温度（ T_g ）は40 から70 であることが好ましい。ガラス転移温度が40 以上であると保存安定性が向上しやすくなる。また、ガラス転移温度が70 以下であると定着性が向上しやすくなる。

【0113】

本発明のトナーは保存安定性の向上、現像性の更なる向上のためにコア-シェル構造を有していることが好ましい。これは、シェル層を有することによりトナーの表面性が均一になり、流動性が向上すると共に帯電性が均一になるためである。

【0114】

また、高分子量体のシェルが均一に表層を覆うため、長期保存においても低融点物質の染み出し等が生じ難く保存安定性が向上する。

【0115】

シェルを形成させる具体的手法としては、コア粒子にシェル用の微粒子を埋め込んだり、本発明に好適な製造方法である水系媒体中でトナーを製造する場合はコア粒子にシェル用の超微粒子を付着させ、乾燥させることによりシェル層を形成させることが可能である。また、溶解懸濁法、懸濁重合法においてはシェル用の高分子量体の酸価、親水性を利用し水との界面、即ち、トナー表面近傍にこれら高分子量体を偏在せしめ、シェルを形成する事が可能である。さらには、所謂シード重合法によりコア粒子表面にモノマーを膨潤させ、重合することによりシェルを形成することができる。

【0116】

シェル層用の高分子量体としては例えば、ポリスチレン、ポリビニルトルエンなどのスチレン及びその置換体の単重合体；スチレン-プロピレン共重合体、スチレン-ビニルトルエン共重合体、スチレン-ビニルナフタリン共重合体、スチレン-アクリル酸メチル共重合体、スチレン-アクリル酸エチル共重合体、スチレン-アクリル酸ブチル共重合体、スチレン-アクリル酸オクチル共重合体、スチレン-アクリル酸ジメチルアミノエチル共重合体、スチレン-メタアクリル酸メチル共重合体、スチレン-メタアクリル酸エチル共重合体、スチレン-メタアクリル酸ブチル共重合体、スチレン-メタアクリル酸ジメチルアミノエチル共重合体、スチレン-ビニルメチルエーテル共重合体、スチレン-ビニルエチルエーテル共重合体、スチレン-ビニルメチルケトン共重合体、スチレン-ブタジエン共重合体、スチレン-イソプレン共重合体、スチレン-マレイン酸共重合体、スチレン-マレイン酸エステル共重合体などのスチレン系共重合体；ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート、ポリ酢酸ビニル、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリビニルブチラール、シリコーン樹脂、ポリエステル樹脂、スチレン-ポリエステル共重合体、ポリ(メタ)アクリレート-ポリエステル共重合体、ポリアミド樹脂、エポキシ樹脂、ポリアクリル酸樹脂、テルペン樹脂、フェノール樹脂等があり、これらを単独で、又は2種以上を混合して使用することができる。また、これらポリマー中にアミノ基、カルボキシル基、水酸基、スルホン酸基、グリシジル基、ニトリル基等の官能基を導入しても良い。

【0117】

これら樹脂の添加量としては、重合性単量体100質量部に対し総量で1から30質量部が好ましい。1質量部以上であると添加の効果がより顕著になりやすい。また、30質量部以下であると種々のトナー物性の設計がしやすくなる。

【0118】

これらの樹脂の中でも特にポリエステルが上記効果が大きく発現され好ましい。本発明に使用されるポリエステル樹脂は、飽和ポリエステル樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、あるいはその両者を適宜選択して使用することが可能である。

【0119】

本発明に使用されるポリエステル樹脂は、アルコール成分と酸成分から構成される通常のもので使用でき、両成分については以下に例示する。

【0120】

アルコール成分としては、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、2,3-ブタンジオール、ジエチレングリコール

10

20

30

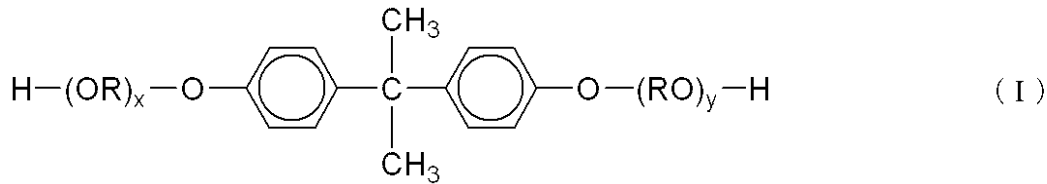
40

50

、トリエチレングリコール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサジオール、ネオペンチルグリコール、2-エチル-1,3-ヘキサジオール、シクロヘキサジメタノール、ブテンジオール、オクテンジオール、シクロヘキサジメタノール、水素化ビスフェノールA、また(I)で表されるビスフェノール誘導体；

【0121】

【化1】

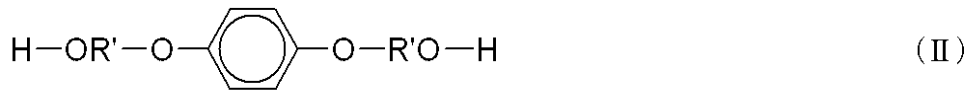


10

[式中、Rはエチレンまたはプロピレン基であり、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から10である。]、あるいは式(I)の化合物の水添物、また、(II)で示されるジオール；

【0122】

【化2】



20

[式中、R'は $-\text{CH}_2\text{CH}_2-$ 、 $-\text{CH}_2-\overset{\text{CH}_3}{\text{CH}}-$ または $-\text{CH}_2-\overset{\text{CH}_3}{\underset{\text{CH}_3}{\text{C}}}-$]

、あるいは(II)の化合物の水添物のジオールが挙げられる。

【0123】

2価のカルボン酸としてはフタル酸、テレフタル酸、イソフタル酸、無水フタル酸の如きベンゼンジカルボン酸またはその無水物；コハク酸、アジピン酸、セバシン酸、アゼライン酸の如きアルキルジカルボン酸またはその無水物、またさらに炭素数6から18のアルキルまたはアルケニル基で置換されたコハク酸もしくはその無水物；フマル酸、マレイン酸、シトラコン酸、イタコン酸の如き不飽和ジカルボン酸またはその無水物などが挙げられる。

30

【0124】

さらに、アルコール成分としてグリセリン、ペンタエリスリトール、ソルビット、ソルピタン、ノボラック型フェノール樹脂のオキシアルキレンエーテルの如き多価アルコールが挙げられ、酸成分としてトリメリット酸、ピロメリット酸、1,2,3,4-ブタンテトラカルボン酸、ベンゾフェノンテトラカルボン酸やその無水物等の多価カルボン酸が挙げられる。

【0125】

上記ポリエステル樹脂の中では、帯電特性、環境安定性が優れておりその他の電子写真特性においてバランスのとれた前記のビスフェノールAのアルキレンオキサイド付加物が好ましく使用される。この化合物の場合には、定着性やトナーの耐久性の点においてアルキレンオキサイドの平均付加モル数は2から10が好ましい。

40

【0126】

本発明におけるポリエステル樹脂は全成分中45から55モル%がアルコール成分であり、55から45モル%が酸成分であることが好ましい。

【0127】

本発明のトナーは、少なくとも結着樹脂、着色剤、エステル化合物、及び低融点物質を含有するトナー粒子と、必要に応じてこのトナー粒子に添加される無機微粉体などの添加剤とからなるものである。本発明のトナーは、公知のいずれの方法によっても製造するこ

50

とが可能である。まず、粉砕法により製造する場合は、例えば、結着樹脂、着色剤、エステル化合物、低融点物質、荷電制御剤等のトナーとして必要な成分及びその他の添加剤等をヘンシェルミキサー、ボールミル等の混合器により十分混合する。その後、加熱ロール、ニーダー、エクストルーダーの如き熱混練機を用いて熔融混練してトナー材料を分散又は溶解させ、冷却固化、粉砕後、分級、必要に応じて表面処理を行ってトナー粒子を得ることができる。分級及び表面処理の順序はどちらが先でもよい。分級工程においては生産効率上、多分割分級機を用いることが好ましい。

【0128】

粉砕工程は、機械衝撃式、ジェット式等の公知の粉砕装置を用いた方法により行うことができる。また、本発明の好ましい円形度を有するトナーを得るためには、更に熱をかけて粉砕したり、補助的に機械的衝撃を加える処理を行ったりすることが好ましい。また、微粉砕（必要に応じて分級）されたトナー粒子を熱水中に分散させる湯浴法、熱気流中を通過させる方法などを用いても良い。

10

【0129】

機械的衝撃力を加える手段としては、例えば川崎重工社製のクリプトロンシステムやターボ工業社製のターボミル等の機械衝撃式粉砕機を用いる方法が挙げられる。また、ホソカワミクロン社製のメカノフュージョンシステムや奈良機械製作所製のハイブリダイゼーションシステム等の装置のように、高速回転する羽根によりトナーをケーシングの内側に遠心力により押しつけ、圧縮力、摩擦力等の力によりトナーに機械的衝撃力を加える方法が挙げられる。

20

【0130】

本発明のトナーは、上述のように粉砕法によって製造することも可能であるが、この粉砕法で得られるトナー粒子は一般に不定形のものである。この為、本発明に好適に用いられる平均円形度が0.950以上という物性を得る為には、機械的・熱的或いは何らかの特殊な処理を行うことが必要となり、生産性が劣るものとなる。そこで、本発明のトナーは分散重合法、会合凝集法、溶解懸濁法、懸濁重合法等、水系媒体中でトナーを製造することが好ましく、特に懸濁重合法は本発明の好適な物性を満たしやすく非常に好ましい。

【0131】

懸濁重合法とは、重合性単量体及び着色剤（更に必要に応じて重合開始剤、架橋剤、荷電制御剤、その他の添加剤）を均一に溶解又は分散させて重合性単量体組成物を得る。その後、この重合性単量体組成物を分散安定剤を含有する連続層（例えば水相）中に適当な攪拌器を用いて分散し同時に重合反応を行なわせ、所望の粒径を有するトナーを得るものである。この懸濁重合法で得られるトナー（以後「重合トナー」ともいう）は、個々のトナー粒子形状がほぼ球形に揃っているため、平均円形度が0.950以上という本発明に好適な物性要件を満たすトナーが得られやすい。更にこういったトナーは帯電量の分布も比較的均一となるために画質の向上が期待できる。

30

【0132】

本発明に関わる重合トナーの製造において、重合性単量体組成物を構成する重合性単量体としては以下のものが挙げられる。

【0133】

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、p-メトキシスチレン、p-エチルスチレン等のスチレン系単量体；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-ブチル、アクリル酸イソブチル、アクリル酸n-プロピル、アクリル酸n-オクチル、アクリル酸ドデシル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸ステアリル、アクリル酸2-クロロエチル、アクリル酸フェニル等のアクリル酸エステル類、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸n-プロピル、メタクリル酸n-ブチル、メタクリル酸イソブチル、メタクリル酸n-オクチル、メタクリル酸ドデシル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸ステアリル、メタクリル酸フェニル、メタクリル酸ジメチルアミノエチル、メタクリル酸ジエチルアミノエチル等のメタクリル酸エステル類；その他のアクリロニトリル、メタクリロニ

40

50

トリル、アクリルアミド等の単量体が挙げられる。これらの単量体は単独で、又は混合して使用し得る。上述の単量体の中でも、スチレン又はスチレン誘導体を単独で、或いは他の単量体と混合して使用することがトナーの現像特性及び耐久性の点から好ましい。

【0134】

本発明のトナーの重合法による製造において使用される重合開始剤としては、重合反応時における半減期が0.5から30時間であるものが好ましい。また、重合性単量体に対して0.5から20質量部の添加量で用いて重合反応を行うと、分子量5,000から50,000の間に極大を有する重合体を得、トナーに望ましい強度と適当な溶融特性を与えることができる。

【0135】

具体的な重合開始剤例としては、2,2'-アゾビス-(2,4-ジメチルバレロニトリル)、2,2'-アゾビスイソブチロニトリル、1,1'-アゾビス(シクロヘキサン-1-カルボニトリル)、2,2'-アゾビス-4-メトキシ-2,4-ジメチルバレロニトリル、アゾビスイソブチロニトリル等のアゾ系又はジアゾ系重合開始剤、ベンゾイルパーオキシド、メチルエチルケトンパーオキシド、ジイソプロピルパーオキシカーボネート、クメンヒドロパーオキシド、2,4-ジクロロベンゾイルパーオキシド、ラウロイルパーオキシド、t-ブチルパーオキシ2-エチルヘキサノエート、t-ブチルパーオキシピバレート等の過酸化物系重合開始剤が挙げられる。

【0136】

本発明のトナーを重合法により製造する際は、架橋剤を添加しても良く、好ましい添加量としては、重合性単量体100質量部に対して0.001から15質量部である。

【0137】

ここで架橋剤としては、主として2個以上の重合可能な二重結合を有する化合物が用いられ、例えば、ジビニルベンゼン、ジビニルナフタレン等のような芳香族ジビニル化合物；例えばエチレングリコールジアクリレート、エチレングリコールジメタクリレート、1,3-ブタンジオールジメタクリレート等のような二重結合を2個有するカルボン酸エステル；ジビニルアニリン、ジビニルエーテル、ジビニルスルフィド、ジビニルスルホン等のジビニル化合物；及び3個以上のビニル基を有する化合物；が単独で、又は2種以上の混合物として用いられる。

【0138】

本発明のトナーを重合法で製造する方法では、一般に上述のトナー組成物等を適宜加えて、ホモジナイザー、ボールミル、超音波分散機等の分散機に依って均一に溶解又は分散させた重合性単量体組成物を、分散安定剤を含有する水系媒体中に懸濁する。この時、高速攪拌機もしくは超音波分散機のような高速分散機を使用して一気に所望のトナー粒子のサイズとするほうが、得られるトナー粒子の粒径がシャープになる。重合開始剤添加の時期としては、重合性単量体中に他の添加剤を添加する時同時に加えても良いし、水系媒体中に懸濁する直前に混合しても良い。また、造粒直後、重合反応を開始する前に重合性単量体又は溶媒に溶解した重合開始剤を加えることもできる。

【0139】

造粒後は、通常の攪拌機を用いて、粒子状態が維持され且つ粒子の浮遊・沈降が防止される程度の攪拌を行えば良い。

【0140】

本発明のトナーを製造する場合には、分散安定剤として公知の界面活性剤や有機分散剤・無機分散剤が使用できる。中でも無機分散剤は、その立体障害性により分散安定性を得ているので反応温度を変化させても安定性が崩れ難く、洗浄も容易でトナーに悪影響を与え難いため、好ましく使用できる。こうした無機分散剤の例としては、燐酸三カルシウム、燐酸マグネシウム、燐酸アルミニウム、燐酸亜鉛、ヒドロキシアパタイト等の燐酸多価金属塩、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム等の炭酸塩、メタ硅酸カルシウム、硫酸カルシウム、硫酸バリウム等の無機塩、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等の無機化合物が挙げられる。

10

20

30

40

50

【0141】

これらの無機分散剤は、重合性単量体100質量部に対して0.2から20質量部を使用することが望ましい。また、上記分散安定剤は単独で用いても良いし、複数種を併用してもよい。更に、0.001から0.1質量部の界面活性剤を併用しても良い。

【0142】

これら無機分散剤を用いる場合には、そのまま使用しても良いが、より細かい粒子を得るため、水系媒体中にて該無機分散剤粒子を生成させて用いることができる。例えば、磷酸三カルシウムの場合、高速攪拌下、磷酸ナトリウム水溶液と塩化カルシウム水溶液とを混合して、水不溶性の磷酸カルシウムを生成させることができ、より均一で細かな分散が可能となる。この時、同時に水溶性の塩化ナトリウム塩が副生するが、水系媒体中に水溶性塩が存在すると、重合性単量体の水への溶解が抑制されて、乳化重合による超微粒トナーが発生し難くなるので、より好都合である。

10

【0143】

界面活性剤としては、例えばドデシルベンゼン硫酸ナトリウム、テトラデシル硫酸ナトリウム、ペンタデシル硫酸ナトリウム、オクチル硫酸ナトリウム、オレイン酸ナトリウム、ラウリル酸ナトリウム、ステアリン酸ナトリウム、ステアリン酸カリウム等が挙げられる。

【0144】

上記重合性単量体を重合する工程において、重合温度は40以上、一般には50から90の温度に設定される。この温度範囲で重合を行なうと、内部に封じられるべき低融点物質が相分離により析出して内包化がより完全となる。

20

【0145】

上記重合性単量体の重合終了後、得られた重合体粒子を公知の方法によって濾過、洗浄、乾燥することによりトナー粒子が得られる。このトナー粒子に、後述するような無機微粉体を必要に応じて混合して該トナー粒子の表面に付着させることで、本発明のトナーを得ることができる。また、製造工程（無機微粉体の混合前）に分級工程を入れ、トナー粒子中に含まれる粗粉や微粉をカットすることも可能である。

【0146】

本発明においてトナーは、流動化剤として個数平均1次粒径が4nmから80nmの無機微粉体がトナー粒子に添加されることも好ましい形態である。無機微粉体は、トナーの流動性改良及びトナー粒子の帯電均一化のために添加されるが、無機微粉体を疎水化処理するなどの処理によってトナーの帯電量の調整、環境安定性の向上等の機能を付与することも好ましい形態である。

30

【0147】

本発明において、無機微粉体の個数平均1次粒径の測定法は、走査型電子顕微鏡により拡大撮影したトナーの写真を用いて行う。

【0148】

本発明で用いられる無機微粉体としては、シリカ、酸化チタン、アルミナなどが使用できる。シリカ微粉体としては、例えば、ケイ素ハロゲン化合物の蒸気相酸化により生成されたいわゆる乾式法又はヒュームドシリカと称される乾式シリカ、及び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。しかし、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 Na_2O 、 SO_3^{2-} 等の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ケイ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。

40

【0149】

個数平均1次粒径が4nmから80nmの無機微粉体の添加量は、トナー粒子に対して0.1から3.0質量%であることが好ましい。無機微粉体の含有量は、蛍光X線分析を用い、標準試料から作成した検量線を用いて定量できる。

50

【0150】

本発明において無機微粉体は疎水化処理された物であることが、トナーの環境安定性を向上させることができるため好ましい。トナーに添加された無機微粉体が吸湿すると、トナー粒子の帯電量が著しく低下し、帯電量が不均一になり易く、トナー飛散が起こり易くなる。無機微粉体の疎水化処理に用いる処理剤としては、シリコンワニス、各種変性シリコンワニス、シリコンオイル、各種変性シリコンオイル、シラン化合物、シランカップリング剤、その他有機珪素化合物、有機チタン化合物等の処理剤を単独で用いてもよいし、2種以上を併用してもよい。

【0151】

上記処理剤の中でも、シリコンオイルにより処理したものが好ましく、無機微粉体をシラン化合物で疎水化処理すると同時に又は処理した後に、シリコンオイルにより処理したものがより好ましい。このような無機微粉体の処理方法としては、例えば第一段反応として、シラン化合物でシリル化反応を行いシラノール基を化学結合により消失させた後、第二段反応としてシリコンオイルにより表面に疎水性の薄膜を形成することができる。

10

【0152】

使用されるシリコンオイルとしては、例えばジメチルシリコンオイル、メチルフェニルシリコンオイル、 γ -メチルスチレン変性シリコンオイル、クロルフェニルシリコンオイル、フッ素変性シリコンオイル等が特に好ましい。

【0153】

無機微粉体をシリコンオイルで処理する方法としては、例えば、シラン化合物で処理された無機微粉体とシリコンオイルとをヘンシェルミキサー等の混合機を用いて直接混合する方法や、無機微粉体にシリコンオイルを噴霧する方法が挙げられる。或いは、適当な溶剤にシリコンオイルを溶解又は分散させた後、無機微粉体を加えて混合し、溶剤を除去する方法でもよい。無機微粉体の凝集体の生成が比較的少ない点で噴霧する方法がより好ましい。

20

【0154】

シリコンオイルの処理量は、無機微粉体100質量部に対し1から40質量部、好ましくは3から35質量部が良い。シリコンオイルの量が少なすぎると良好な疎水性が得られず、多すぎるとカブリ発生等の不具合が生ずる傾向がある。

30

【0155】

本発明で用いられる無機微粉体は、トナーに良好な流動性を付与させる為に、窒素吸着によるBET法で測定した比表面積が20から350 m^2/g 範囲内のものが好ましく、25から300 m^2/g のものがより好ましい。比表面積は、BET法に従って、比表面積測定装置オートソープ1(湯浅アイオニクス社製)を用いて試料表面に窒素ガスを吸着させ、BET多点法を用いて算出される。

【0156】

本発明のトナーは、クリーニング性向上等の目的で、一次粒径が30nmを超える、より好ましくは一次粒径が50nm以上の無機又は有機の球状に近い微粒子を、更にトナー粒子に添加することも好ましい形態のひとつである。例えば球状シリカ粒子、球状ポリメチルシルセスキオキサン粒子、球状樹脂粒子等が好ましく用いられる。

40

【0157】

本発明のトナーには、実質的な悪影響を与えない範囲内で更に他の添加剤、例えばフッ素樹脂粉末、ステアリン酸亜鉛粉末、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、炭化珪素粉末、チタン酸ストロンチウム粉末などの研磨剤；例えば酸化チタン粉末、酸化アルミニウム粉末などの流動性付与剤；ケーキング防止剤；または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。これらの添加剤の表面を疎水化処理して用いることも可能である。

【0158】

次に、本発明の像加熱装置(以下、定着ローラ、とも記載する)について説明する。

50

【0159】

本発明の像加熱装置においては、記録材上の未定着トナー画像を熱により溶融定着させる加熱部材は内部に熱源を持たず、その表面より加熱手段から受けた蓄熱をトナー溶融に用いる外部加熱定着装置が好ましく用いられる。これは、内部に断熱性の高い弾性層を有するため、外部から加熱する方が熱量ロスが少ないためである。

【0160】

図1に示すように、本発明の像加熱部材30は、芯金31の外周に、熱伝導率が低く、弾性を持つ低熱伝導弾性層（以下、弾性層もしくは弾性層と記す）32を形成し、さらに、その外側に、蓄熱層33を形成したものである。

【0161】

本発明の像加熱部材の芯金31は、例えば、アルミや鉄、SUM材等の金属材料、セラミック等の他の剛体材料によりより形成される。芯金31は、弾性層32によって定着ローラ表面から断熱される為、低熱伝導性、低熱容量であっても良い。また、その形態は中空の筒状であっても良い。

【0162】

芯金31の外周に形成する弾性層32は低熱伝導化したゴム層であり、熱伝導率は蓄熱層33より小さくなるよう配合調整される。本発明において、弾性層は熱伝導率が0.15W/mK以下であると、蓄熱層の熱量は芯金に逃げにくく、熱量のロスがなくなるため好ましい。

【0163】

弾性層32の厚さは特に制限されないが、有効な断熱性を有し、かつ熱容量が大きくなりすぎず、小径の定着ローラ30を構成するためには、1.0mm以上5.0mm以下、好ましくは2.0mm以上4.0mm以下とするのが良い。

【0164】

弾性層は、耐久性や断熱性の観点から、オルガノポリシロキサン組成物に中空フィラーを配合した配合物、あるいは、オルガノポリシロキサン組成物に吸水性ポリマーおよび水を配合した配合物を形成後に焼成および硬化して形成されたものが好ましい。

【0165】

弾性層32の形成方法を以下に例示する。

【0166】

例えば、シリコーンゴム組成物であり、熱硬化性オルガノポリシロキサン組成物100質量部に平均粒子径が500 μ m以下の中空フィラーを0.1質量%以上、200.0質量%以下配合してなるシリコーンゴム組成物を加熱硬化して形成されるバルーンゴム層とする。

【0167】

ここで、中空フィラーとしては、硬化物内に気体部分を持つことでスポンジゴムのように熱伝導率を低下させるもので、マイクロバルーン材等がある。このような材料としては、ガラスバルーン、シリカバルーン、カーボンバルーン、フェノールバルーン、アクリロニトリルバルーン、塩化ビニリデンバルーン、アルミナバルーン、ジルコニアバルーン、シラスバルーンなど、いかなるものでもかまわない。

【0168】

上記の中空フィラーの配合量は、熱硬化性オルガノポリシロキサン組成物100質量部に対し0.1質量部以上200.0質量部以下である。好ましくは0.2質量部以上150.0質量部以下、より好ましくは0.5質量部以上100.0質量部以下である。この場合、中空フィラーの定着ローラ用シリコーンゴム組成物中での含有量が体積比で10%以上80%以下、特に15%以上75%以下となるように配合することが好ましい。体積割合が10%以上となることで、熱伝導率を低下しやすくなる。また、80%以下であると十分なゴム弾性を得やすくなる。

【0169】

また、例えば、吸水性ポリマーおよび水を添加する方法で、シリコーンゴム断熱層32

10

20

30

40

50

を形成したもので良い。かかるシリコンゴム組成物としては、オルガノポリシロキサン組成物100質量部に吸水性ポリマーを0.1質量部以上50.0質量部以下、水を10質量部以上200質量部以下、その他、白金化合物触媒のような硬化触媒、SiHポリマーのような架橋剤を添加した組成物を形成する。その後、これを加熱成形して弾性層32としても良い。

【0170】

また、この場合には、以下の3段階あるいは2段階に分けて加熱する。即ち、第一段階では、シリコンベースポリマーの実質的な硬化が起こらず、しかも水分が蒸発しない100以下、好ましくは50以上、80以下のもとで10時間以上30時間以下加熱して型成型する。次いで、第二段階では、前記型成形物を120以上250以下、好ましくは120以上180以下で1時間から5時間加熱して、含まれている水及び水を含んだ不純物中の水分を蒸発させる。そして、最後の第三段階では、得られた気泡体を180以上300以下、好ましくは200以上250以下で2時間から8時間加熱して、硬化を進めることにより、所望の多孔質ゴム状弾性体のシリコンゴム層を完成させる。

10

【0171】

よって、弾性層32は、マイクロバルーン等のバルーンや吸水性ポリマーが含有されたオルガノポリシロキサンを主成分とする液状シリコン組成物より形成されたものが望ましい。このようにして得られた弾性層は、スポンジシリコンゴム断熱層や、ソリッドゴム断熱層に比べ、断熱性と耐久性に優れ、また、熱膨張も少ない。

20

【0172】

次に、弾性層32の外周に形成する蓄熱層33について説明する。蓄熱層33は、例えばシリコンゴム、あるいはフッ素ゴムなどに、粉末状の熱伝導フィラー（以下、単に「フィラー」とも呼ぶ）を混入させた層を弾性層32の上に形成したソリッドゴム層が好適な形態として挙げられる。蓄熱層が上記のような形態であると、離型層を介して蓄熱層に付与された熱量が素早く蓄熱層全体に拡散するため、好ましい。

【0173】

前記蓄熱層の熱伝導率は、弾性層32よりも高いことが重要である。好ましくは、一般的なソリッドゴムよりも熱伝導率を高め、0.30W/m・K以上とするのが好ましい。

【0174】

内部の断熱層の熱伝導率を、蓄熱層の熱伝導率よりも低くすることで、定着ローラ表面から伝達された熱を、表面近傍の蓄熱層に偏在させ、保ちやすくする。また、蓄熱層の熱伝導率を高くする事で、蓄熱層での熱の吸収と放出を迅速に行うことができる。

30

【0175】

蓄熱層33の厚みは50.0μm以上500.0μm以下で形成されていることが好ましい。

【0176】

蓄熱層33の厚みは50.0μm以上であると、フィラーを均一に分散しやすくなり、安定した熱容量や熱伝導率を得やすくなる。そのため、記録材上のトナーにかかる熱量が均一になりやすくなる。

40

【0177】

また、蓄熱層33の厚みが500.0μm以下であると定着ローラ中のフィラーの分散性をコントロールしやすくなるため、蓄熱層での熱の吸収と放出を迅速に行い易くなる。

【0178】

本発明は、蓄熱層を形成するゴム100質量部に対して、熱伝導フィラーが7質量部以上60質量部以下含有することも好ましい。

【0179】

熱伝導フィラーが7質量部以上であると蓄熱層の熱容量が十分なものとなりやすく、低温定着性が向上しやすい。また、熱伝導フィラーが60質量部以下であると、定着ローラ表面の硬度が適正な範囲になりやすいため、記録材との密着性が向上しやすくなる。

50

【0180】

蓄熱層33は、例えば以下の方法により形成されるが、何ら本発明を限定するものではない。特に、シリコーンゴム、あるいはフッ素ゴムなどに、粉末状の熱伝導フィラーを7質量部以上60質量部混入させた層を弾性層32の上に形成したソリッドゴム層であることが好ましい。

【0181】

本発明の蓄熱層の製造方法としては、任意の手法を用いることが出来る。例えば、ディッピング塗工、スプレー塗工、および円柱状の芯金周囲に円筒形状の塗工ヘッドを用いて液状樹脂を被覆形成するリング塗工などの方法が挙げられる。特に、リング塗工は蓄熱層を均一に塗布できるため、好ましく用いることが出来る。

10

【0182】

図3にリング塗工装置の例を示す。架台71の上に垂直にコラム72が取り付けられ、さらに架台71とコラム72の上部に精密ボールネジ73が垂直に取り付けられている。また、精密ボールネジ73と平行に2本のリニアガイド84がコラム72に取り付けている。LMガイド74はリニアガイド84及び精密ボールネジ73と連結し、サーボモータ75よりプーリ76を介して回転運動が伝達され昇降できるようになっている。コラム72には、円筒状の芯体85の外周面に塗布液を吐出するリング形状の塗工ヘッド78が取り付けられている。さらにLMガイド74上にブラケット77が取り付けられ、このブラケット77には芯体85を保持し固定するワーク下保持具79が垂直に取り付けられ、また逆側の芯体85を保持するワーク上保持具80の中心軸がブラケット77の上部に取り付けられ、ワーク上保持具はワーク下保持具79に対向して同芯になるように配置して芯体85を保持している。

20

【0183】

リング形状の塗工ヘッド78の中心軸は、ワーク下保持具79とワーク上保持具80の移動方向と平行となるように支持されている。また、ワーク下保持具79及びワーク上保持具80が昇降移動時において、塗工ヘッド78の内側に開口した環状スリットになっている吐出口の中心軸と、ワーク下保持具79及びワーク上保持具80の中心軸が同芯になるように調節してある。このような構成により塗工ヘッド78の環状スリットになっている吐出口の中心軸を芯体85の中心軸に同芯に合わせることができ、リング形状の塗工ヘッドの内周面と芯体85の外周面との間に均一な隙間が形成される。

30

【0184】

また、塗布液の供給口81は、塗布液搬送用の配管82を介して材料供給弁83に接続されている。材料供給弁83は、その手前に混合ミキサー、材料供給ポンプ、材料定量吐出装置、材料タンク等を備え、定量(単位時間当たりの量が一定)の塗布液を吐出可能なものとしている。

【0185】

芯体の外周上に形成された未加硫の液状ゴムを半硬化する工程と、半硬化した液状ゴム及び塗布積層後の樹脂液の硬化接着工程では、周方向の温度を一定に保つためにゴムローラを回転させながら加熱する方法を用いることが好ましい。熱源としては、ゴムローラに非接触で加熱できる遠赤外セラミックヒータ、近赤外線ヒータ、ランプ加熱ヒータ、UVヒータ、マイクロヒータ等が望ましい。

40

【0186】

これらの熱源は、ゴムローラの両端部から中央部に向かって連続的に加熱温度を変化させるために、ゴムローラの長手方向に一定間隔で複数配置される。熱源の数はゴムローラの長手方向における加熱温度の変化パターンに合わせて適宜に決定されることになるが、その数が多いほど、ゴムローラの長手方向における温度変化を微妙にかつ正確に制御することが可能となる。

【0187】

蓄熱層は、少なくともA1及び/又はZn化合物である熱伝導フィラーを含有する。熱伝導フィラーとしては、例えば、アルミナ、酸化亜鉛、チッ化アルミ、チッ化亜鉛、金属

50

アルミ、金属亜鉛、アルミ含有合金、亜鉛含有合金等の粉末状のフィラーが好ましく用いられる。

【0188】

本発明において、像加熱部材の表面のRzが2.0μm以上20.0μm以下であることが好ましい。より好ましくは、Rzが5.0μm以上15.0μm以下である。Rzが2.0μm以上20.0μm以下であると像加熱部材の表面の比表面積が大きくなり、外側からの加熱の際に効率的に像加熱部材に蓄熱することができる。また、適度に凹凸が存在しているため、優れた熱伝導性を保持しつつ、離型性を向上することができる。

【0189】

像加熱部材の表面のRzが2.0μm以上であると、トナーとの接触面積を適正化しやすくなるため、耐オフセット性が向上しやすくなる。

10

【0190】

一方、像加熱部材の表面のRzが20.0μm以下であるとトナーに均一に熱が加わり易くなり、低温定着性が向上しやすくなる。

【0191】

Rzの制御の方法として、表面を機械的に研磨する方法を挙げることができる。粗面化方法としては、研磨粒子や、研磨粒子をテープ及び紙等に接着させそれを押し当てることで研磨する等の公知の研磨方法を使用することができる。また、研磨粒子を表面にぶつけるサンドブラスト法なども用いることができる。中でも、研磨ペーパーを用いて研磨するとRzの制御が容易であり、好ましく用いることができる。

20

【0192】

本発明の像加熱部材は、ヒータから熱量を受け取ったあと速やかに記録材へ熱付与できる構成であると良い。したがって、定着ローラ30は小径であることが望ましく、外径5mm以上20mm以下の範囲が好ましい。

【0193】

次に、本発明の画像形成方法を実施するための画像形成装置について説明する。

【0194】

(1) 画像形成装置例

図4は、本実施形態の画像形成装置を好適に示す一例たるレーザービームプリンタ(以下、プリンタと略称する)1の概略構成を示す模式的断面図である。

30

【0195】

このプリンタ1には、プリンタ本体の外部に設けられたホストコンピュータ等の画像情報提供装置(図示せず)から画像情報が入力する。そして、プリンタ1は、入力した画像情報に応じた画像をシート状の記録材(記録媒体)Pに形成して記録するという一連の画像形成プロセスを公知の電子写真方式に則り行う。

【0196】

プリンタ1は、潜像担持体としてのドラム状の回転自在な電子写真感光体(以下、感光体と略記する)2と、一次帯電機構8と、現像装置3と、を保持するプロセスカートリッジ4を備えている。また、画像情報提供装置から入力した画像情報に応じた露光処理工程により感光体2の外周面に前記画像情報に応じた静電潜像を形成するレーザースキャナユニット(以下、スキャナと略記する)5を備えている。また、記録材Pに画像を転写する処理を施すロール状の回転自在な転写体6と、画像転写処理済みの記録材Pに加熱及び加圧により定着処理を施す像加熱装置としての定着装置7を備えている。

40

【0197】

プロセスカートリッジ4はプリンタ本体に対して着脱自在に支持されている。感光体2の修理及び現像装置3への現像剤補給等のメンテナンスが必要であるときには、前記本体にて開閉自在に支持されているカバー9を開いたのち、プロセスカートリッジ4ごと交換することによりメンテナンスの迅速化及び簡易化等が図られている。

【0198】

一次帯電機構8は、スキャナ5による露光処理工程前において規定のバイアスを印加さ

50

れることにより、回転している感光体 2 の外周面を規定電位分布に帯電せしめるようになっている。

【0199】

スキャナ 5 は、画像情報提供装置からの画像情報に応じたレーザー L a を出力する。そして、そのレーザー L a により、プロセスカートリッジ本体に設けられた窓 4 a を通して、感光体 2 の帯電処理済みの外周面が走査及び露光される。これにより、前記画像情報に応じた静電潜像が感光体 2 の外周面に形成されようになっている。

【0200】

次に、プリンタ 1 における一連の画像形成プロセスに関して説明する。プリンタ本体に設けられたスタートボタン等（図示せず）が押されるなどにより、感光体 2 の回転駆動が開始される。感光体 2 は矢印 K 1 の時計方向に規定の周速度にて回転駆動される。これと共に、規定のバイアスが印加されている一次帯電機構 8 により感光体 2 の外周面が規定の電位分布に帯電せしめられる。

【0201】

次に、画像情報提供装置からの画像情報に応じて感光体 2 の外周面の帯電処理済みの部位がスキャナ 5 により走査及び露光される。これにより、前記画像情報に応じた静電潜像が感光体 2 の前記部位に形成される。その静電潜像が現像装置 3 の現像剤により現像されてトナー画像として可視像化される。

【0202】

一方、所定のタイミングにて駆動された給紙ローラ 1 2 により給紙カセット 1 1 から記録材 P が給送される。給紙カセット 1 1 から給送された記録材 P はレジストローラ対 1 2 a により所定の制御タイミングにて感光体 2 と転写体 6 との間に形成された転写ニップ部へと給送され、転写ニップ部を挟持搬送されていく。この挟持搬送過程において感光体 2 側の前記トナー画像が転写体 6 により記録材 P 側に順次に転写される。

【0203】

そして、転写処理済みの記録材 P は、定着装置 7 によりトナー画像の加熱定着処理が施されたのち、プリンタ本体にて回転自在に支持された定着排紙部 1 0 を経由してプリンタ排紙部 1 3 により機外へと排紙される。排紙された記録材 P は、プリンタ本体の上面に取り付けられたトレイ 1 4 上に積載される。以上により、一連の画像形成プロセスが終了することとなる。

【0204】

なお、図 4 は、本実施形態の画像形成装置を好適に示す一例たる画像形成装置を示したが、なんら限定するものではなく、これ以外に公知の画像形成装置を用いることができる。また本発明のトナーは、磁性トナーであっても非磁性トナーであっても良い。さらには、ジャンピング現像又は接触現像のいずれの方法に用いられるものであっても良い。

【0205】

(2) 定着装置例

図 2 は本実施形態を好適に示す一例たる外部加熱方式の像加熱装置である定着装置 7 の模式的断面図である。

【0206】

3 0 は記録材上の画像をニップ部にて加熱する回転可能な加熱部材としての定着ローラ（定着用回転体）である。6 3 は加圧部材としての回転可能な加圧ローラである。なお、加圧部材 6 3 は固定されたパッドであっても良い。

【0207】

定着ローラ 3 0 と加圧ローラ 6 3 は、上下にほぼ並行に配列され、且つ端部の加圧パネ（図示せず）により圧接されている。これにより、両者間に記録材搬送方向において所定幅の定着ニップ部（圧接ニップ部）N t を形成させている。

【0208】

定着ローラ 3 0 は駆動手段（図示せず）によって矢印の時計方向に規定の周速度で回転駆動される。加圧ローラ 6 3 は定着ローラ 3 0 の回転に従動して回転する。なお、定着口

10

20

30

40

50

ーラ 30 と、加圧ローラ 63 を別途、回転駆動しても良い。

【0209】

21 は定着ローラ 30 をその外側から加熱する加熱手段（加熱源）である。本実施例において、この加熱手段 21 は板状ヒータ（以下、ヒータと略記する）である。このヒータ 21 は、ヒータホルダ 24 に固定して保持させて、定着ローラ 30 上側に並行に配列してある。そして、ホルダ 24 を加圧機構（図示せず）により一定圧力で加圧し、ヒータ 21 が定着ローラ 30 の上面に所定の圧力で圧接するように調整している。ヒータ 21 は定着ローラ 30 に対して常に同じ部位で接触して、定着ローラ 30 との間に定着ローラ 30 の回転方向において所定幅の加熱ニップ部 Nh を形成している。

【0210】

回転する定着ローラ 30 は、加熱ニップ部 Nh においてヒータ 21 により外側から加熱されて、定着ニップ部 Nt にて記録材 P 上の未定着トナー画像 T を定着するのに必要・十分な熱量が与えられる。

【0211】

記録材 P は前述したように画像形成部にてトナー画像 T が形成されたあと、定着装置 7 へ送られ、定着ローラ 30 と加圧ローラ 63 とで形成される定着ニップ部 Nt へ導入されて挟持搬送される。記録材 P はこの定着ニップ部 Nt を挟持搬送されていく過程において、定着ローラ 30 で加熱され、またニップ部圧を受けて、未定着トナー画像 T が記録材 P 面に永久固着画像として熱圧定着される。

【0212】

次に、本発明に係る各物性の測定方法に関して記載する。

【0213】

（1）定着ローラ表面の E P M A（電子線マイクロアナライザー）による元素量

本発明では、定着ローラの表面を電子線マイクロアナライザー（E P M A）により測定した際の検出される全元素量に対する Al 及び / 又は Zn 元素の存在割合を規定している。この時、Al 元素や Zn 元素は熱伝導フィラーに由来するものである。E P M A は表面から数 μm の深さまでに存在する元素を測定するものであり、全元素量に対する Al や Zn の存在割合は表面から数 μm までの深さに存在する熱伝導フィラー量と対応する。したがって、Al や Zn の存在割合が高い場合、表面部分により多く熱伝導フィラーが存在することを示す。

【0214】

<測定条件>

装置：電子線マイクロアナライザー E P M A - 1610（島津製作所製）

加速電圧：15 kV

照射電流：20 nA

計測時間：500 msec

ビーム径：10 μm

【0215】

（2）熱伝導フィラー、蓄熱層、弾性層の熱伝導率測定及び蓄熱層の単位面積あたりの熱容量

蓄熱層の単位面積あたりの熱容量測定

本発明では、蓄熱層の単位面積あたりの熱容量を規定している。ここで、蓄熱層の表面積とは、離型層を全て剥離した際に現れる蓄熱層表面の面積を指す。したがって、「試験片の表面積」も上述のように剥離した際に現れる面の面積のみを表している。

【0216】

蓄熱層の単位面積あたりの熱容量は、以下の式で求められる。

定着ローラの単位面積あたりの熱容量

= 試験片の体積 \times 体積熱容量 \div 試験片の表面積

または、

= 体積熱容量 \times 比熱容量 \times 蓄熱層 33 厚み 式 (Z)

10

20

30

40

50

【 0 2 1 7 】

したがって、蓄熱層の単位面積あたりの熱容量を算出するには、まず比熱容量及び体積熱容量を測定する必要がある。比熱容量及び体積熱容量は以下のように求めた。

【 0 2 1 8 】

まず、定着ローラ 30 の蓄熱層 33 より、縦 5 mm、横 5 mm の試験片を切り出し、上記試験片を、乾式自動密度計（型番 A c c u P y c 1 3 3 0 株式会社 島津製作所）にて測定し、質量密度を求める。

【 0 2 1 9 】

次に、上記試験片を、示差走査熱量計（型番 D S C 8 2 4 0、株式会社リガク製）にて測定し、比熱容量を求める。

10

【 0 2 2 0 】

体積熱容量は、下式から求められるため、上記により得られた値から計算される。

$$\text{体積熱容量} = \text{質量密度} \times \text{比熱容量}$$

【 0 2 2 1 】

こうして得られた比熱容量と体積熱容量を式（Z）に代入することで蓄熱層の単位面積あたりの熱容量を算出した。

【 0 2 2 2 】

熱伝導ファイラー / 蓄熱層 / 弾性層の熱伝導率の測定

熱伝導率はフーリエ変換型温度熱拡散率測定装置（型番 F T C - 1、アルバック理工株式会社製）にて熱拡散率を測定する。蓄熱層や弾性層を測定する場合、厚み方向の測定を行う。そして、下記の式から、熱伝導ファイラーの熱伝導率、及び蓄熱層又は弾性層の厚み方向の熱伝導率を求める。

20

$$\text{熱伝導率} = \text{熱拡散率} \times \text{質量密度} \times \text{比熱容量}$$

【 0 2 2 3 】

（ 3 ）像加熱部材表面の R z 測定方法

サーフコーダー S E - 3 3 0 0（小坂研究所製）にて、測定距離 4 mm で測定した。測定箇所は、像加熱部材のゴム端部から 30 ~ 40 mm の位置の両端部及び、ゴム端部から 110 ~ 120 mm の位置の中央部とした。それぞれの箇所で軸方向と周方向について測定し、6 点の測定値の平均値を R z とした。

【 0 2 2 4 】

次に、本発明のトナーに係る各物性の測定方法に関して記載する。

30

【 0 2 2 5 】

（ 4 ）エステル化合物、及び低融点物質の融点

エステル化合物及び低融点物質の融点は D S C にて測定した際の、吸熱ピークのピークトップとする。吸熱ピークのピークトップの測定は A S T M D 3 4 1 7 - 9 9 に準じて行う。これらの測定には、例えばパーキンエルマー社製 D S C - 7、T A インストルメント社製 D S C 2 9 2 0、T A インストルメント社製 Q 1 0 0 0 を用いることができる。装置検出部の温度補正はインジウムと亜鉛の融点を用い、熱量の補正についてはインジウムの融解熱を用いる。測定サンプルにはアルミニウム製のパンを用い、対照用に空パンをセットし測定する。

40

【 0 2 2 6 】

（ 5 ）トナーの重量平均粒径（ D 4 ）

トナーの重量平均粒径（ D 4 ）は、以下のようにして算出する。測定装置としては、100 μ m のアパーチャーチューブを備えた細孔電気抵抗法による精密粒度分布測定装置「コールター・カウンター Multisizer 3」（登録商標、ベックマン・コールター社製）を用いる。測定条件の設定及び測定データの解析は、付属の専用ソフト「ベックマン・コールター Multisizer 3 Version 3.51」（ベックマン・コールター社製）を用いる。尚、測定は実効測定チャンネル数 2 万 5 千チャンネルで行なう。

【 0 2 2 7 】

50

測定に使用する電解水溶液は、特級塩化ナトリウムをイオン交換水に溶解して濃度が約1質量%となるようにしたもの、例えば、「ISOTON II」（ベックマン・コールター社製）が使用できる。

【0228】

尚、測定、解析を行なう前に、以下のように専用ソフトの設定を行なった。

【0229】

専用ソフトの「標準測定方法(SOM)を変更」画面において、コントロールモードの総カウント数を50000粒子に設定し、測定回数を1回、Kd値は「標準粒子10.0 μm」（ベックマン・コールター社製）を用いて得られた値を設定する。「閾値/ノイズレベルの測定ボタン」を押すことで、閾値とノイズレベルを自動設定する。また、カレントを1600 μAに、ゲインを2に、電解液をISOTON IIに設定し、「測定後のアパーチャーチューブのフラッシュ」にチェックを入れる。

10

【0230】

専用ソフトの「パルスから粒径への変換設定」画面において、ピン間隔を対数粒径に、粒径ピンを256粒径ピンに、粒径範囲を2 μmから60 μmまでに設定する。

【0231】

具体的な測定法は以下の通りである。

(1) Multisizer 3専用のガラス製250ml丸底ビーカーに前記電解水溶液約200mlを入れ、サンプルスタンドにセットし、スターラーロッドの攪拌を反時計回りで24回転/秒にて行なう。そして、専用ソフトの「アパーチャーのフラッシュ」機能により、アパーチャーチューブ内の汚れと気泡を除去しておく。

20

(2) ガラス製の100ml平底ビーカーに前記電解水溶液約30ml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。

(3) 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 Tetora 150」（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。

30

(4) 前記(2)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、ビーカー内の電解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。

(5) 前記(4)のビーカー内の電解水溶液に超音波を照射した状態で、トナー約10mgを少量ずつ前記電解水溶液に添加し、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、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。

(6) サンプルスタンド内に設置した前記(1)の丸底ビーカーに、ピペットを用いてトナーを分散した前記(5)の電解質水溶液を滴下し、測定濃度が約5%となるように調整する。そして、測定粒子数が50000個になるまで測定を行なう。

40

(7) 測定データを装置付属の前記専用ソフトにて解析を行ない、重量平均粒径(D4)を算出する。尚、専用ソフトでグラフ/体積%と設定したときの、「分析/体積統計値(算術平均)」画面の「平均径」が重量平均粒径(D4)であり、専用ソフトでグラフ/個数%と設定したときの、「分析/個数統計値(算術平均)」画面の「平均径」が個数平均粒径(D1)である。

【0232】

(6) トナーの平均円形度及びモード円形度

トナーの平均円形度は、フロー式粒子像測定装置「FPIA-2100」（シスメックス社製）を用いて測定する。詳細は以下の通りである。

【0233】

50

まず、円形度を次式より算出する。

円形度 = (粒子投影面積と同じ面積の円の周囲長) / (粒子投影像の周囲長)

【0234】

ここで、「粒子投影面積」とは二値化された粒子像の面積であり、「粒子投影像の周囲長」とは該粒子像のエッジ点を結んで得られる輪郭線の長さである。測定は、512×512の画像処理像度(0.3μm×0.3μmの画素)で画像処理した時の粒子像の周囲長を用いる。

【0235】

本発明における円形度は粒子の凹凸の度合いを示す指標であり、粒子が完全な球形の場合に1.00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。

10

【0236】

また、円形度頻度分布の平均値を意味する平均円形度Cは、粒度分布の分割点iでの円形度をci、測定粒子数をmとすると、下記式(1)から算出される。

【0237】

【数1】

$$\text{平均円形度 } C = \sum_{i=1}^m c_i / m \quad (1)$$

【0238】

また、円形度標準偏差SDは、平均円形度C、各粒子における円形度ci、測定粒子数をmとすると下記式(2)から算出される。

20

【0239】

【数2】

$$\text{円形度標準偏差 } SD = \left\{ \sum_{i=1}^m (C - c_i)^2 / m \right\}^{1/2} \quad (2)$$

【0240】

具体的な測定方法は、以下の通りである。まず、ガラス製の容器中に予め不純固形物などを除去したイオン交換水約10ml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0.1ml加える。更に測定試料を約0.02g加え、超音波分散器を用いて2分間分散処理を行い、測定用の分散液とする。超音波分散器としては、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 Tectora150型」(日科機バイオス社製)を用いる。尚、超音波分散器の水槽内には、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。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。また、一定時間おきに、好ましくは2時間おきに2μmの標準ラテックス粒子(例えば、Duke Scientific社製の「RESEARCH AND TEST PARTICLES Latex Microsphere Suspensions 5200A」をイオン交換水で希釈)を用いて自動焦点調整を行う。

30

40

【0241】

トナー粒子の円形度測定には、前記フロー式粒子像測定装置を用い、シース液にはパーティクルシース「PSE-900A」(シスメックス社製)を使用した。前記手順に従い調整した分散液を前記フロー式粒子像分析装置に導入し、測定時のトナー粒子濃度が約5000個/μlとなる様に該分散液濃度を再調整して計測する。計測後、このデータを用いて、円相当径2.00μm以上、40.02未満の範囲のトナーの平均円形度を求める

50

。尚、円相当径は、以下のようにして算出される値である。

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

【0242】

本発明で用いている測定装置である「FPIA-2100」は、従来トナーの形状を観察するために用いられていた「FPIA-1000」と比較して、シースフローの薄層化（7 μ m 4 μ m）及び処理粒子画像の倍率が向上した装置である。また、取り込んだ画像の処理解像度を向上（256 \times 256 512 \times 512）させた装置であり、トナーの形状測定の精度が向上した装置である。

【0243】

（7）トナーのTHF可溶分の分子量測定

10

トナーのTHF可溶分の分子量分布は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー（GPC）により、以下のようにして測定する。

【0244】

まず、室温で24時間かけて、トナーをテトラヒドロフラン（THF）に溶解する。そして、得られた溶液を、ポア径が0.2 μ mの耐溶剤性メンブランフィルター「マエシヨリディスク」（東ソー社製）で濾過してサンプル溶液を得る。尚、サンプル溶液は、THFに可溶性成分の濃度が約0.8質量%となるように調整する。このサンプル溶液を用いて、以下の条件で測定する。

装置：HLC8120 GPC（検出器：RI）（東ソー社製）

カラム：Shodex KF-801、802、803、804、805、806、807の7連（昭和電工社製）

20

溶離液：テトラヒドロフラン（THF）

流速：1.0ml/min

オープン温度：40.0

試料注入量：0.10ml

【0245】

試料の分子量の算出にあたっては、標準ポリスチレン樹脂（例えば、商品名「TSKスタンダード ポリスチレン 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、A-500」、東ソ-社製）を用いて作成した分子量校正曲線を使用する。

30

【0246】

（8）エステル化合物の酸価の測定方法

エステル化合物の酸価はJIS K1557-1970に準じ測定する。具体的な測定方法を以下に示す。

【0247】

まず、エステル化合物を2gを精秤する（W（g））。200mlの三角フラスコに試料を入れ、トルエン/エタノール（2：1）の混合溶液100mlを加え、5時間溶解する。指示薬としてフェノールフタレイン溶液を加える。0.1規定のKOHもアルコール溶液を用いて上記溶液をビュレットを用いて滴定する。この時のKOH溶液の量をS（ml）とする。ブランクテストをし、この時のKOH溶液の量をB（ml）とする。

40

【0248】

次式により酸価を計算する。

$$\text{酸価} = [(S - B) \times f \times 5.61] / W$$

（f：KOH溶液のファクター）

【0249】

（9）エステル化合物の水酸基価の測定法

試料を100mlのナスフラスコに精秤し、これにアセチル化試薬5mlを正しく加える。その後100 \pm 5の浴中に浸して加熱する。1から2時間後フラスコを浴から取り出し放冷後、水を加えて振り動かして無水酢酸を分解する。更に分解を完全にするため

50

再びフラスコを浴中で10分間以上加熱し放冷後、有機溶剤でフラスコの壁を良く洗う。この液をガラス電極を用いてN/2水酸化カリウムエチルアルコール溶液で電位差滴定を行ない水酸基価を求める(JISK0070-1966に準ずる)。

【0250】

(10) エステル化合物、低融点物質のスチレン-アクリル樹脂への溶解度

エステル化合物および低融点物質のスチレン-アクリル樹脂への溶解度の測定は以下のように行なう。

- ・スチレン-アクリル樹脂(スチレン74質量部とブチルアクリレート26質量部を重合して得た樹脂。ガラス転移温度(Tg)=54.0、数平均分子量(Mn)=20000、重量平均分子量(Mw)=200000):0.10g
- ・エステル化合物(または、低融点物質):0.01g

10

【0251】

上記をメノウ乳鉢にて混合し、試料1とする。

【0252】

測定装置としては、示差走査熱量分析装置である「Q1000」(TA Instruments社製)や「DSC2920」(TA Instruments社製)を用いることができ、ASTM D3418-82に準じて測定する。

【0253】

例えば、「Q1000」を用いて、試料1を約10mg精秤し、アルミニウム製のパンの中に入れ、リファレンスとして空のアルミニウム製のパンを用いて、以下のシーケンスで吸熱量の測定を行う。装置検出部の温度補正はインジウムと亜鉛の融点を用い、熱量の補正についてはインジウムの融解熱を用いる。

20

【0254】

そして、2サイクル目の吸熱ピーク熱量をH1、4サイクル目の吸熱ピーク熱量をH2とし、下記式により溶解度を求める。なお、吸熱ピーク熱量は、昇温過程での温度30~120の範囲におけるDSC曲線での最大の吸熱ピークの熱量とする。

$$\text{溶解度} = (1 - H2 / H1) \times 100$$

【0255】

<シーケンス>

- 1サイクル目:
 - ・30にて1分間保持
 - ・2 /分で60まで昇温。昇温後、10分間保持
 - ・10 /分で30まで降温。
- 2サイクル目:
 - ・30にて1分間保持
 - ・10 /分で120まで昇温。昇温後、10分間保持
 - ・10 /分で30まで降温。
- 3サイクル目:
 - ・30にて1分間保持
 - ・2 /分で60まで昇温。昇温後、10分間保持
 - ・10 /分で30まで降温。
- 4サイクル目:
 - ・30にて1分間保持
 - ・10 /分で120まで昇温。昇温後、10分間保持
 - ・10 /分で30まで降温。

30

40

【0256】

尚、上記したスチレン-アクリル樹脂を用いることが好ましいが、調製が困難である場合には、ガラス転移温度54.0 ± 1.0、数平均分子量20000 ± 2000、重量平均分子量200000 ± 20000のスチレン-アクリル樹脂を用いて測定しても良い。上記の範囲内であれば、溶解度としてはほぼ同様の値が得られる。

【0257】

(11) エステル化合物のスチレンモノマーへの溶解度

40のスチレンモノマー100.0gにエステル化合物を5.0g添加し、3時間攪拌した後、不溶解分の有無を目視で判断する。不溶解分がある場合は、スチレンモノマーへ

50

の溶解度が5.0%未満とし、すべて溶解した場合は5.0%以上とする。

【実施例】

【0258】

以下に実施例及び比較例を挙げて本発明を更に詳細に説明する。「部」及び「%」とあるのは特に断りのない限り質量基準である。

【0259】

(蓄熱層用塗工液の製造)

シリコーンゴム原料組成物として、付加型シリコーンゴム(東レ・ダウコーニング・シリコーン社製(商品名: DY35-561A/B))70.0質量部に対し、フィラーとしてアルミナ(昭和電気(株)製(商品名: アルミナピースCB-A50S))を30.0質量部配合した。これを固形分濃度10%となるように、メチルエチルケトンで希釈し、蓄熱層用塗工液1を得た。液粘度は $3.0 \times 10^{-2} \text{ Pa} \cdot \text{s}$ であった。また、表1のようにフィラー種及び配合比を調整し、蓄熱層用塗工液2乃至6及び比較用塗工液を得た。なお、表中の「アルミナ」は昭和電気(株)製アルミナ(商品名: アルミナピースCB-A50S)、「酸化亜鉛」は境化学工業(株)製酸化亜鉛(商品名: LPZINC-11)、「ジルコニア」はアスザック(株)製ジルコニア(商品名: AZI)を示す。

【0260】

【表1】

	フィラー	フィラー含有量 (質量%)
蓄熱層用塗工液1	アルミナ	30.0
蓄熱層用塗工液2	アルミナ	10.0
蓄熱層用塗工液3	アルミナ	50.0
蓄熱層用塗工液4	アルミナ	6.0
蓄熱層用塗工液5	アルミナ	55.2
蓄熱層用塗工液6	酸化亜鉛	7.0
蓄熱層用塗工液7	酸化亜鉛	60.0
蓄熱層用塗工液8	酸化亜鉛/アルミナ	6.0(3.0/3.0)
蓄熱層用塗工液9	酸化亜鉛	30.0
蓄熱層用塗工液10	酸化亜鉛	70.0
蓄熱層用塗工液11	ジルコニア	6.0

【0261】

(定着ローラ1の製造方法)

弾性層の製造

信越化学工業製の付加硬化型液状シリコーンゴム材料KE1218A液(主剤)/B液(硬化剤)各50質量部に、中空フィラーとして松本油脂製薬製のマイクロバルーンF80S(材質: アクリロニトリル製、軟化温度: 160以上170以下)を3質量部、ポリエチレングリコール1質量部を添加し、15分攪拌を続け、シリコーンゴムを得た。

【0262】

外径8mmのSUM芯金上に、上記で得たシリコーンゴムを注型し、150で1時間、一次加硫を行った後、型から脱型して取り出した。次に、200で4時間、2次加硫を行った後、更に、230で4時間の加熱処理を施すことで、厚み2.0mmの低熱伝導弾性層を有する定着ローラ前駆体を形成した。この低熱伝導弾性層はバルーンゴムであり、熱伝導率 0.12 W/mK であった。

【0263】

蓄熱層の製造

次に前記蓄熱層用塗工液1をリング塗工装置を用いて、定着ローラ前駆体に塗布した。塗布は、リング形状塗布手段の移動速度 15 mm/s 、材料吐出量 $2100 \text{ mm}^3/\text{se}$

cの条件で、厚さが $150\mu\text{m}$ となるまで塗布を行なった。その後 300 の温風循環加熱炉で 60 分加熱し、その後、表面を研磨ペーパーを用いて研磨(研磨機:松田精機製スーパーフィニッシャー、研磨紙:3Mインペリアルラッピングフィルム 15mic シリコンカーバイド砥粒タイプ)を行い、蓄熱層を得た。この蓄熱層はソリッドゴム層であり、得られた物性を表2に示す。

【0264】

なお、表中の「表面存在割合」とは、定着ローラをE P M Aで測定した際に得られる全元素量に対するアルミニウム及び/又は亜鉛の存在割合を示す。ここで、アルミニウム、亜鉛元素は熱伝導フィラーに由来するものである。

【0265】

(定着ローラ2の製造方法)

定着ローラ1の製造方法において、弾性層に用いるシリコンゴムを付加型シリコンゴム(東レ・ダウコーニング・シリコン社製(商品名: D Y 3 5 - 5 6 1 A / B))に変え、研磨を(研磨機:松田精機製スーパーフィニッシャー、研磨紙:3Mインペリアルラッピングフィルム 5mic シリコンカーバイド砥粒タイプ)に変更し、定着ローラ表面のRzが $4.0\mu\text{m}$ になるまで研磨したこと以外は定着ローラ1と同様に製造し、定着ローラ2を得た。弾性層の熱伝導率は 0.20W/mK であった。作製したローラの概要は表2のとおりである。

【0266】

(定着ローラ3の製造方法)

定着ローラ2の製造方法において、研磨を(研磨機:松田精機製スーパーフィニッシャー、研磨紙:3Mインペリアルラッピングフィルム 30mic シリコンカーバイド砥粒タイプ)に変更し、定着ローラ表面のRzが $16.0\mu\text{m}$ となるまで研磨したこと以外は定着ローラ2と同様に製造し、定着ローラ3を得た。作製したローラの概要は表2のとおりである。

【0267】

(定着ローラ4の製造方法)

定着ローラ2の製造方法において、研磨を(研磨機:松田精機製スーパーフィニッシャー、研磨紙:3Mインペリアルラッピングフィルム 5mic シリコンカーバイド砥粒タイプ)に変更し、定着ローラ表面のRzが $1.4\mu\text{m}$ となるまで研磨したこと以外は、定着ローラ2と同様に製造し、定着ローラ4を得た。作製したローラの概要は表2のとおりである。

【0268】

(定着ローラ5の製造方法)

定着ローラ2の製造方法において、研磨を(研磨機:松田精機製スーパーフィニッシャー、研磨紙:3Mインペリアルラッピングフィルム 30mic シリコンカーバイド砥粒タイプ)に変更し、定着ローラ表面のRzが $21.0\mu\text{m}$ となるまで研磨したこと以外は定着ローラ2と同様に製造し、定着ローラ5を得た。作製したローラの概要は表2のとおりである。

【0269】

(定着ローラ6の製造方法)

弾性層の製造は、定着ローラ1と同様にして製造を行なった。

【0270】

蓄熱層の製造

次に前記蓄熱層用塗工液8をリング塗工装置を用いて、定着ローラ前駆体に塗布した。塗布は、リング形状塗布手段の移動速度 15mm/s 、材料吐出量 $3000\text{mm}^3/\text{sec}$ の条件で行なった。その後 300 の温風循環加熱炉で 60 分加熱し、その後、表面を研磨ペーパーを用いて研磨(研磨機:松田精機製スーパーフィニッシャー、研磨紙:3Mインペリアルラッピングフィルム 15mic シリコンカーバイド砥粒タイプ)を行い、蓄熱層の厚さが $495\mu\text{m}$ の定着ローラ前駆体2を得た。この定着ローラ前駆体2に、前記

10

20

30

40

50

蓄熱層用塗工液 9 をリング塗工装置を用いて塗布した。塗布は、リング形状塗布手段の移動速度 25 mm/s 、材料吐出量 $1500 \text{ mm}^3/\text{sec}$ の条件で行なった。その後、表面を研磨ペーパーを用いて研磨（研磨機：松田精機製スーパーフィニッシャー、研磨紙：3M インペリアルラッピングフィルム 15 mic シリコンカーバイド砥粒タイプ）を行い、重ねて塗布された蓄熱層の厚さが $10 \mu\text{m}$ （トータルの蓄熱層の厚みが $505 \mu\text{m}$ ）となるまで研磨を行い、定着ローラ 6 を得た。この蓄熱層はソリッドゴム層であり、得られた物性を表 2 に示す。

【0271】

（定着ローラ 7 の製造方法）

弾性層の製造は、定着ローラ 1 と同様にして製造を行なった。

10

【0272】

蓄熱層の製造

次に前記蓄熱層用塗工液 10 をリング塗工装置を用いて、定着ローラ前駆体に塗布した。塗布は、リング形状塗布手段の移動速度 35 mm/s 、材料吐出量 $1500 \text{ mm}^3/\text{sec}$ の条件で行なった。その後 300 の温風循環加熱炉で 60 分加熱し、その後、表面を研磨ペーパーを用いて研磨（研磨機：松田精機製スーパーフィニッシャー、研磨紙：3M インペリアルラッピングフィルム 15 mic シリコンカーバイド砥粒タイプ）を行い、蓄熱層の厚さが $38 \mu\text{m}$ の定着ローラ前駆体 2 を得た。その後、定着ローラ 6 の製造と同様にして前期蓄熱層用塗工液 9 をリング塗工装置を用いて塗布し、重ねて塗布された蓄熱層の厚さが $10 \mu\text{m}$ （トータルの蓄熱層の厚みが $48 \mu\text{m}$ ）となるまで研磨を行い、定着

20

【0273】

（定着ローラ 8 の製造方法）

弾性層の製造は、定着ローラ 1 と同様にして製造を行なった。

【0274】

蓄熱層の製造

次に前記蓄熱層用塗工液 1 を定着ローラ 1 の製造と同様の条件により塗布・研磨し、蓄熱層の厚さが $150 \mu\text{m}$ の定着ローラ前駆体 2 を得た。その後、定着ローラ 6 の製造と同様にして前期蓄熱層用塗工液 2 をリング塗工装置を用いて塗布し、重ねて塗布された蓄熱層の厚さが $10 \mu\text{m}$ （トータルの蓄熱層の厚みが $160 \mu\text{m}$ ）となるまで研磨を行い、定着

30

【0275】

（定着ローラ 9 の製造方法）

定着ローラ 8 の製造において、蓄熱層用塗工液 2 の代わりに蓄熱層用塗工液 3 を用いた以外は定着ローラ 8 と同様にして、定着ローラ 9 を得た。得られた物性を表 2 に示す。

【0276】

（定着ローラ 10 の製造方法）

定着ローラ 1 の製造方法において、蓄熱層用塗工液 1 の代わりに蓄熱層用塗工液 4 を用い、リング塗工装置の代わりにディッピング塗工装置を用いた以外は、定着ローラ 1 と同様にして、定着ローラ 10 を得た。得られた物性を表 2 に示す。

40

【0277】

（定着ローラ 11 の製造方法）

定着ローラ 10 の製造方法において、蓄熱層用塗工液 4 の代わりに蓄熱層用塗工液 5 を用いた以外は、定着ローラ 1 と同様にして、定着ローラ 11 を得た。得られた物性を表 2 に示す。

【0278】

（定着ローラ 12 の製造方法）

定着ローラ 6 の製造方法において、蓄熱層用塗工液 8 の代わりに蓄熱層用塗工液 6 を用いたこと以外は、定着ローラ 6 の製造方法と同様にして定着ローラ 12 を得た。得られた物性を表 2 に示す。

50

【 0 2 7 9 】

(定着ローラ 1 3 の製造方法)

定着ローラ 7 の製造方法において、蓄熱層用塗工液 1 0 の代わりに蓄熱層用塗工液 7 を用いたこと以外は、定着ローラ 6 の製造方法と同様にして定着ローラ 1 3 を得た。得られた物性を表 2 に示す。

【 0 2 8 0 】

(定着ローラ 1 4 の製造方法)

定着ローラ 1 0 の製造方法において、蓄熱層用塗工液 4 の代わりに蓄熱層用塗工液 1 1 を用いたこと以外は、定着ローラ 1 0 の製造方法と同様にして定着ローラ 1 4 を得た。得られた物性を表 2 に示す。

10

【 0 2 8 1 】

なお、定着ローラ 1 4 に関してのみは、表中の「表面元素割合」は E P A M 測定で検出された全元素量に対するジルコニウムの存在割合を示している。

【 0 2 8 2 】

【表 2】

製造例	蓄熱層						弾性層		定着ロウ表面物性	
	種類	747-		熱容量/ 表面積 (J/m ²)	熱伝導率 (W/m・K)	厚み (μm)	熱伝導率 (W/mK)	Al及びZnの 元素割合 (質量%)	表面粗さ Rz (μm)	
		熱伝導率 (W/mK)	含有量 (質量%)							
1	747	23	30.0	250	0.32	150	0.12	25.0	10.0	
2	747	23	30.0	250	0.32	150	0.20	25.0	4.0	
3	747	23	30.0	250	0.32	150	0.20	25.1	16.0	
4	747	23	30.0	250	0.32	150	0.20	25.0	1.4	
5	747	23	30.0	250	0.32	150	0.20	25.2	21.0	
6	酸化亜鉛	25.2	6.5	586	0.34	505	0.12	25.0	10.0	
	747	23								
7	酸化亜鉛	25.2	61.7	105	0.32	48	0.12	25.0	10.0	
8	747	23	28.8	256	0.32	160	0.12	8.0	10.0	
9	747	23	31.3	278	0.32	160	0.12	42.0	10.0	
10	747	23	6.0	176	0.31	150	0.12	4.2	10.0	
11	747	23	55.2	330	0.33	150	0.12	46.0	10.0	
12	酸化亜鉛	25.2	7.5	606	0.35	505	0.12	25.0	10.0	
	747	23								
13	酸化亜鉛	25.2	53.8	85	0.32	48	0.12	25.0	10.0	
14	ジカゴア	4	6.0	171	0.30	150	0.12	4.2	10.0	

10

20

30

【0283】

磁性粉体の製造例

硫酸第一鉄水溶液中に、鉄元素に対して1.0から1.1当量の苛性ソーダ溶液、鉄元素に対しリン元素換算で0.15質量%となる量のP₂O₅、鉄元素に対して珪素元素換算で0.50質量%となる量のSiO₂を混合し、水酸化第一鉄を含む水溶液を調製した。水溶液のpHを8.0とし、空気を吹き込みながら85℃で酸化反応を行い、種晶を有するスラリー液を調製した。

40

【0284】

次いで、このスラリー液に当初のアルカリ量（苛性ソーダのナトリウム成分）に対し0.9から1.2当量となるよう硫酸第一鉄水溶液を加えた後、スラリー液をpH7.6に維持して、空気を吹き込みながら酸化反応をすすめ、磁性酸化鉄を含むスラリー液を得た。濾過、洗浄した後、この含水スラリー液を一旦取り出した。この時、含水サンプルを少量採取し、含水量を計っておいた。次に、この含水サンプルを乾燥せずに別の水系媒体中に

50

投入し、攪拌すると共にスラリーを循環させながらピンミルにて再分散させ、再分散液のpHを約4.8に調整する。そして、攪拌しながらn-ヘキシルトリメトキシシランカップリング剤を磁性酸化鉄100質量部に対し1.6質量部(磁性酸化鉄の量は含水サンプルから含水量を引いた値として計算した)添加し、加水分解を行った。その後、攪拌を十分行うと共にスラリーを循環させながらピンミルにて分散を行い、分散液のpHを8.6にしてカップリング処理を行った。生成した疎水性磁性粉体をフィルタープレスにてろ過し、多量の水で洗浄した後に100で15分、90で30分乾燥し、得られた粒子を解砕処理して体積平均粒径が0.22 μ mの磁性粉体1を得た。

【0285】

<トナーの製造例1>

イオン交換水720質量部に0.1M-Na₃PO₄水溶液450質量部を投入して60に加温した後、1.0M-CaCl₂水溶液67.7質量部を添加して、分散安定剤を含む水系媒体を得た。

【0286】

- | | | |
|----------------------------|---------|----|
| ・スチレン | 75.0質量部 | |
| ・n-ブチルアクリレート | 25.0質量部 | |
| ・ジビニルベンゼン | 0.53質量部 | |
| ・モノアゾ染料の鉄錯体(T-77:保土ヶ谷化学社製) | 1.0質量部 | |
| ・磁性粉体1 | 90.0質量部 | |
| ・飽和ポリエステル樹脂 | 5.0質量部 | 20 |

(ビスフェノールAのE.O.付加物とテレフタル酸との縮合反応により得られる飽和ポリエステル樹脂 Mn=5000、酸価=12mgKOH/g、Tg=68)

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て単量体組成物を得た。この単量体組成物を60に加温し、そこにパラフィンワックス1(融点:74、スチレン-アクリル樹脂への溶解度:2.6%)15質量部、ジペンタエリスリトールのベヘン酸エステル(以後、DP-622と略。物性は表3に示す)10質量部を添加混合し、溶解した後に重合開始剤2,2'-アゾビス(2,4-ジメチルバレロニトリル)4.5質量部を溶解した。

【0287】

上記水系媒体中に上記単量体組成物を投入し、60、N₂雰囲気下においてクレアミックス(エム・テクニク社製)にて10,000rpmで10分間攪拌し、造粒した。その後パドル攪拌翼で攪拌しつつ70で5時間反応させた。反応終了後、懸濁液を冷却し、塩酸を加えて洗浄した後に濾過・乾燥してトナー粒子1を得た。

【0288】

このトナー粒子1を100質量部と、個数平均1次粒径12nmのシリカをヘキサメチルジシラザンで処理後にシリコンオイルで処理し、処理後のBET値が120m²/gの疎水性シリカ微粉体1.0質量部をヘンシェルミキサー(三井三池化工機(株))で混合し、重量平均粒径が7.5 μ mのトナー1を得た。トナー1の物性を表4に示す。

【0289】

<トナーの製造例2>

トナー1の製造例において、クレアミックス(エム・テクニク社製)にて10,000rpmで10分間攪拌行うことから、7,000rpmで5分間攪拌し、造粒すること以外は、トナー1の製造と同様にし、トナー2を得た。トナー2の物性を表4に示す。

【0290】

<トナーの製造例3>

トナー1の製造例において、ジビニルベンゼンの量を0.53質量部から0.08質量部に変えたこと以外は、トナー1の製造と同様にし、トナー3を得た。トナー3の物性を表4に示す。

【0291】

<トナーの製造例4>

10

20

30

40

50

トナー 1 の製造例において、ジビニルベンゼンの量を 0.53 質量部から 1.18 質量部に変えたこと以外は、トナー 1 の製造と同様にし、トナー 4 を得た。トナー 4 の物性を表 4 に示す。

【0292】

<トナーの製造例 5>

トナー 1 の製造例において、パラフィンワックス 1 (融点: 74、スチレン-アクリル樹脂への溶解度: 2.6%) から、パラフィンワックス 2 (融点: 85、スチレン-アクリル樹脂への溶解度: 1.7%) に変えたこと以外は、トナー 1 の製造と同様にし、トナー 5 を得た。トナー 5 の物性を表 4 に示す。

【0293】

<トナーの製造例 6>

トナー 1 の製造例において、ジペンタエリスリトールのベヘン酸エステルをジペンタエリスリトールのパルミチン酸エステル (以後、DP-616 と略) に変えたこと以外は、トナー 1 の製造と同様にし、トナー 6 を得た。トナー 6 の物性を表 4 に示す。

【0294】

<トナーの製造例 7>

トナー 1 の製造例において、ジペンタエリスリトールのベヘン酸エステルをペンタエリスリトールのミリスチン酸エステル (以後、PE-414 と略) に変え、パラフィンワックス 1 (融点: 74、スチレン-アクリル樹脂への溶解度: 2.6%) から、パラフィンワックス 3 (融点: 63、スチレン-アクリル樹脂への溶解度: 6.2%) に変えたこと以外は、トナー 1 の製造と同様にし、トナー 7 を得た。トナー 7 の物性を表 4 に示す。

【0295】

<トナーの製造例 8>

トナー 1 の製造例において、ジペンタエリスリトールのベヘン酸エステルをジペンタエリスリトールのセロチン酸エステル (以後、DP-626 と略) に変えたこと以外は、トナー 1 の製造と同様にし、トナー 8 を得た。トナー 8 の物性を表 4 に示す。

【0296】

<トナーの製造例 9>

トナー 1 の製造例において、パラフィンワックス 1 (融点: 74、スチレン-アクリル樹脂への溶解度: 2.6%) から、マイクロクリスタリンワックス (融点: 88、スチレン-アクリル樹脂への溶解度: 1.4%) に変えたこと以外は、トナー 1 の製造と同様にし、トナー 9 を得た。トナー 9 の物性を表 4 に示す。

【0297】

<トナーの製造例 10>

トナー 1 の製造例において、ジペンタエリスリトールのベヘン酸エステル 10 質量部から 1.8 質量部に変えたこと以外は、トナー 1 の製造と同様にし、トナー 10 を得た。トナー 10 の物性を表 4 に示す。

【0298】

<トナーの製造例 11>

トナー 1 の製造例において、ジペンタエリスリトールのベヘン酸エステル 10 質量部から 1.8 質量部に変えたこと以外は、トナー 1 の製造と同様にし、トナー 11 を得た。トナー 11 の物性を表 4 に示す。

【0299】

<トナーの製造例 12>

トナー 1 の製造例において、パラフィンワックス 1 (融点: 74、スチレン-アクリル樹脂への溶解度: 2.6%) から、天然ガス系フィッシュアトロブシュワックス (融点: 92) に変えたこと以外は、トナー 1 の製造と同様にし、トナー 12 を得た。トナー 12 の物性を表 4 に示す。

【0300】

10

20

30

40

50

<トナーの製造例 1 3 >

トナー 1 の製造例において、ジペンタエリスリトールのベヘン酸エステルからトリメリット酸トリベヘニル（以後、TM - 3 2 2 と略）に変えたこと以外は、トナー 1 の製造と同様にし、トナー 1 3 を得た。トナー 1 3 の物性を表 4 に示す。

【 0 3 0 1 】

<トナーの製造例 1 4 >

トナー 1 の製造例において、ジペンタエリスリトールのベヘン酸エステルをペンタエリスリトールのステアリン酸エステル（以後、PE - 4 1 8 と略）に変え、パラフィンワックス 1（融点：7 4、スチレン - アクリル樹脂への溶解度：2 . 6 %）1 5 質量部から、天然ガス系フィッシャートロブシュワックス（融点：9 2）2 質量部に変えたこと以外は、トナー 1 の製造と同様にし、トナー 1 4 を得た。トナー 1 4 の物性を表 4 に示す。

【 0 3 0 2 】

<トナーの製造例 1 5 >

トナー 1 の製造例において、ジペンタエリスリトールのベヘン酸エステルをペンタエリスリトールのミリスチン酸エステル（以後、PE - 4 1 4 と略）に変え、パラフィンワックス 1（融点：7 4、スチレン - アクリル樹脂への溶解度：2 . 6 %）1 5 質量部から、天然ガス系フィッシャートロブシュワックス（融点：9 2）2 質量部に変えたこと以外は、トナー 1 の製造と同様にし、トナー 1 5 を得た。トナー 1 5 の物性を表 4 に示す。

【 0 3 0 3 】

【表 3】

エステル化合物の物性

エステル化合物	融点 [°C]	スチレン-アクリル樹脂への 溶解度 [%]	40°Cにおける スチレンモノマーへの溶解度 [%]
DP-622	83	0.5	<5.0
DP-616	69	2.8	>5.0
PE-414	64	8.3	>5.0
DP-626	92	0.1	<5.0
PE-418	76	4.2	>5.0
TM-322	79	4.1	>5.0

【 0 3 0 4 】

10

20

30

【表 4】

磁性トナー 製造例	エステル化合物 [質量部]	低融点物質 [質量部]	$T_m(B) \leq$ $T_m(A) + 5^\circ\text{C}$	平均粒径 [μm]	平均 円形度	THF不溶分 [%]
1	DP-622 [10.0]	ハ°ラフィンワックス1 [15.0]	満たす	7.5	0.972	31
2	DP-622 [10.0]	ハ°ラフィンワックス1 [15.0]	満たす	7.5	0.948	32
3	DP-622 [10.0]	ハ°ラフィンワックス1 [15.0]	満たす	7.2	0.970	4
4	DP-622 [10.0]	ハ°ラフィンワックス1 [15.0]	満たす	7.3	0.969	66
5	DP-622 [10.0]	ハ°ラフィンワックス2 [15.0]	満たす	7.4	0.972	32
6	DP-616 [10.0]	ハ°ラフィンワックス1 [15.0]	満たす	7.5	0.968	29
7	PE-414 [10.0]	ハ°ラフィンワックス3 [15.0]	満たす	7.4	0.967	31
8	DP-626 [10.0]	ハ°ラフィンワックス1 [15.0]	満たす	7.8	0.962	33
9	DP-622 [10.0]	マイクロクリスタリンワックス [15.0]	満たす	7.9	0.967	30
10	DP-622 [1.8]	ハ°ラフィンワックス1 [15.0]	満たす	7.1	0.970	29
11	DP-622 [20.5]	ハ°ラフィンワックス1 [15.0]	満たす	7.3	0.961	34
12	DP-622 [10.0]	天然ガス系 フィッシュヤートロップワックス [15.0]	満たさない	7.4	0.967	32
13	TM-322 [10.0]	ハ°ラフィンワックス1 [15.0]	満たさない	7.3	0.966	31
14	PE-418 [10.0]	天然ガス系 フィッシュヤートロップワックス [2.0]	満たさない	7.8	0.964	32
15	PE-414 [10.0]	天然ガス系 フィッシュヤートロップワックス [2.0]	満たさない	7.3	0.968	34

10

20

30

【0305】

< 実施例 1 >

トナー 1 と定着ローラ 1 を用いて、図 2 に示す定着装置 7 を備えた図 4 に示す画像形成装置 1 を用いて、定着特性と現像特性の画像評価を行った。

【0306】

定着特性の評価は、定着装置 7 に未定着トナー画像 T を形成した記録材 P を通紙して行い、ヒータ 2 1、定着ローラ、及び定着装置全体の温度が、雰囲気温度になじんだ状態から実験を開始する（以下、この条件をコールドスタートと称する）。

40

【0307】

定着ローラ 3 0 の表面温度は、定着ローラ 3 0 の回転方向において加熱ニップ部 N h から定着ニップ部 N t に至る中間部位置 D の定着ローラの表面温度を非接触の放射温度計 1 0 3 を用いて測定する。

【0308】

コールドスタートから、定着ローラ 3 0 の回転駆動開始と同時に、セラミックヒータ 2 1 に 5 0 0 W の電力を投入し、セラミックヒータを発熱させて、定着ローラ 3 0 を加熱し、定着ローラを目標の温度まで立ち上げる。

【0309】

50

定着ローラ30は、放射温度計103を用いて温度制御され、所望の定着ローラ温度に達した後は、目標温度を維持するようセラミックヒータの電力を制御される。

【0310】

20秒のウォームアップ時間の後、未定着トナー画像Tを形成した記録材Pを通紙する。

【0311】

定着ローラの表面温度を変える場合は、セラミックヒータの温調温度を変えることにより制御した。

【0312】

画像形成評価を行ったトナーとローラの組み合わせ、及び評価結果を表5に記載する。

10

【0313】

また、市販のレーザービームプリンタLBP-3300を改造し、本発明の定着部材の交換を行なった。また、CRG内のトナーを抜き取り、トナー1を充填したもので長期使用の耐久試験を実施した。具体的には、高温高湿環境下(温度32.5、湿度80%)において、2000枚の通紙耐久試験を行なった。原稿は画像比率8%のチャートを使用した。常温常湿環境下においては、画像濃度及び巻きつきを下記評価基準に基づき評価を行なった。その結果、画出し評価初期及び2000枚耐久後において、全く問題の無い画像濃度が得られた。また、2000枚耐久後においても巻きつきの発生が見られなかった。結果を表5に示す。

【0314】

以下に本発明の画像評価方法および評価基準について説明する。

20

【0315】

(1) 画像濃度

Xerox社製Business4200(75g/m²)を用いて、初期及び2000枚のプリントアウトを終了した後、ベタ画像部を形成し評価した。尚、画像濃度は画像濃度測定装置である「マクベス反射濃度計」(マクベス社製)を用いて、原稿濃度が0.00の白地部分のプリントアウト画像に対する相対濃度を測定した。画像濃度は、1.40以上であれば実用的に問題がない画像である。

【0316】

(2) 低温定着性

メディアとしてはExtra80g紙を用い、ハーフトーン画像の画像濃度が0.6~0.65となるように現像バイアスを設定した。次いで、定着器を室温まで冷却し、定着器のヒーター温度を設定し(以後、定着温度と呼ぶ)、通電したのち8秒後に画像を通紙し、定着させた。その後、50g/cm²の加重をかけたシルボン紙で定着画像を10回摺擦し、摺擦後の定着画像の濃度低下率が10%となる温度を定着開始温度とした。

A: 最低定着可能温度が150以上170以下で、安定した定着画像が得られる

B: 最低定着可能温度が170より高く190以下で、安定した定着画像が得られる

C: 最低定着可能温度が190より高く200以下で、安定した定着画像が得られる

D: 最低定着可能温度が200より高い、又は定着可能温度を有さない。

30

【0317】

(3) 定着均一性

ベタ全域画像(先端余白:5mm)をBADGER BOND(60g/m²)紙上に定着温度200で出力し、画像内の濃度の最大値と最小値を測定し、その差を求めて定着均一性を下記基準により評価した。なお、画像濃度は画像濃度測定装置である「マクベス反射濃度計」(マクベス社製)を用いて、原稿濃度が0.00の白地部分のプリントアウト画像に対する相対濃度を測定した。

A: 濃度差2.0%未満

B: 濃度差2.0%以上4.0%未満

C: 濃度差4.0%以上6.0%未満

D: 濃度差6.0%以上

40

50

【0318】

(4) 巻きつきレベル

記録材の先端部から3mmの位置に幅60mmのベタ黒未定着画像をBADGER BOND(60g/m²)紙上に出し、定着温度200で10秒1枚間欠で100枚通紙し、定着ローラーへの巻きつきについて、下記の基準で評価した。

A: 巻きつきが起こらない。

D: 巻きつきが起こる。

【0319】

(5) 黒後巻きつきレベル

記録材の先端部から3mmの位置に幅60mmのベタ黒未定着画像をBADGER BOND(60g/m²)紙上に出し、定着温度30で1枚通紙した。その後、記録材の先端部から3mmの位置に幅60mmのベタ黒未定着画像をBADGER BOND(60g/m²)紙上に出し、定着温度200で1枚通紙し、定着ローラーへの巻きつきについて、下記の基準で評価した。

A: 10回試験し、巻きつきが1枚も発生しない。

B: 10回試験し、巻きつきが1枚から2枚発生した。

C: 10回試験し、巻きつきが3枚から5枚発生した。

D: 10回試験し、巻きつきが6枚以上発生した。

【0320】

<実施例2乃至19>

トナー1から11、定着ローラ1から9を表5の通り用いたこと以外は実施例1と同様に画出し試験を行った。その結果、いずれも画出し試験で実用上問題ないレベル以上の画像が得られ、良好な定着性を示した。結果を表5に示す。

【0321】

<比較例1乃至9>

トナー1および12から15と定着ローラ1および10から14を表5の通り、用いたこと以外は実施例1と同様に画出し試験を行った。その結果いずれもトナーと定着ローラとの離型性が不十分であったためか、良好な定着性が得られなかった。結果を表5に示す。

【0322】

10

20

30

【表 5】

	定着 ローラ	磁性 トナー	高温高湿環境下 (32.5°C, 80%RH)					
			画像濃度		低温 定着性	定着 均一性	巻きつき レベル	黒後 巻きつき レベル
			初期	2000枚後				
実施例1	1	1	1.53	1.52	A	A	A	A
実施例2	1	2	1.51	1.45	A	A	A	A
実施例3	1	3	1.52	1.47	A	B	A	A
実施例4	1	4	1.52	1.50	B	B	A	A
実施例5	1	5	1.53	1.51	B	B	A	A
実施例6	1	6	1.51	1.46	B	C	A	B
実施例7	1	7	1.48	1.46	B	C	A	B
実施例8	1	8	1.46	1.42	C	C	A	B
実施例9	1	9	1.44	1.42	C	C	A	B
実施例10	1	10	1.44	0.41	C	C	A	C
実施例11	1	11	1.46	1.43	C	C	A	B
実施例12	2	1	1.48	1.46	B	B	A	A
実施例13	3	1	1.46	1.43	B	B	A	B
実施例14	4	1	1.45	1.41	B	B	A	C
実施例15	5	1	1.43	1.41	B	C	A	C
実施例16	6	1	1.46	1.43	C	B	A	B
実施例17	7	1	1.44	1.42	A	C	A	C
実施例18	8	1	1.47	1.45	C	C	A	B
実施例19	9	1	1.44	1.41	B	B	A	C
比較例1	1	12	1.43	1.38	C	C	D	C
比較例2	1	13	1.41	1.35	C	C	D	D
比較例3	1	14	1.39	1.31	D	C	D	D
比較例4	1	15	1.37	1.30	D	C	D	D
比較例5	10	1	1.38	1.32	D	C	D	C
比較例6	11	1	1.39	1.31	B	D	D	D
比較例7	12	1	1.35	1.23	C	C	D	D
比較例8	13	1	1.32	1.22	D	D	D	C
比較例9	14	1	1.31	1.20	D	D	D	D

10

20

30

【図面の簡単な説明】

【0323】

【図1】本発明における定着装置の模式的断面図である。

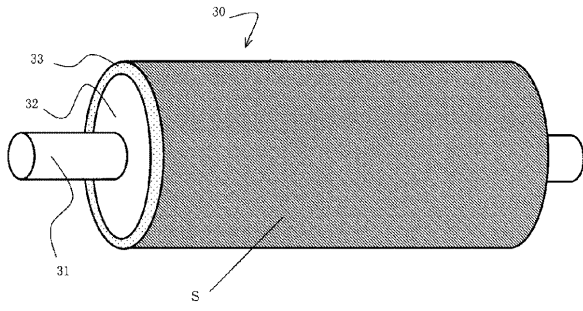
40

【図2】本発明における定着ローラの概略図である。

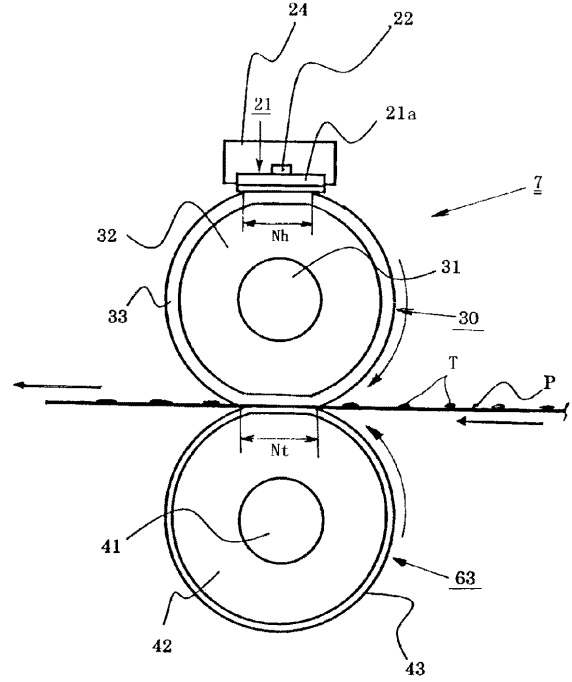
【図3】リング塗工装置を説明する模式図である。

【図4】本発明における画像形成装置の概略断面図である。

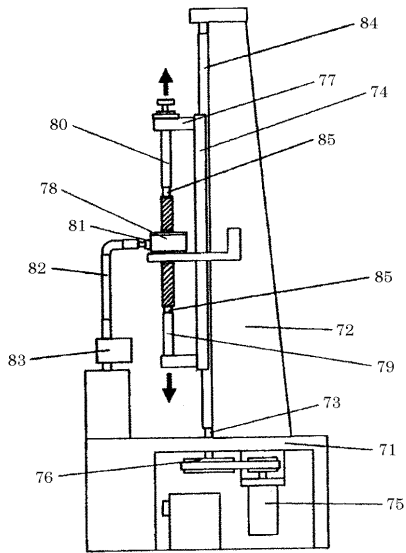
【図 1】



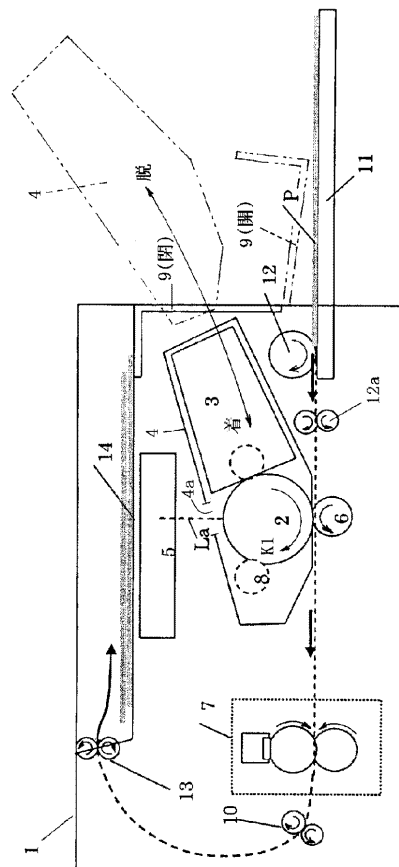
【図 2】



【図 3】



【図 4】



フロントページの続き

- (72)発明者 道上 正
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 馬籠 道久
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 柳瀬 恵理子
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 佐野 智久
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 榊原 彰
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 廣子 就一
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 中澤 俊彦

- (56)参考文献 特開2003-043732(JP,A)
特開2002-202624(JP,A)
特開2004-287270(JP,A)
特開2007-121441(JP,A)
特開2003-295652(JP,A)
特開2004-101865(JP,A)
特開2002-123117(JP,A)
特開2005-300610(JP,A)
特開2005-049649(JP,A)
特開2007-316164(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G03G 15/20
G03G 9/08