

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-221802

(P2005-221802A)

(43) 公開日 平成17年8月18日(2005.8.18)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
G03G 9/08	G03G 9/08	2H005
G03G 9/087	G03G 9/08 365	
	G03G 9/08 381	

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 32 頁)

(21) 出願番号	特願2004-30159 (P2004-30159)	(71) 出願人	000005496 富士ゼロックス株式会社 東京都港区赤坂二丁目17番22号
(22) 出願日	平成16年2月6日(2004.2.6)	(74) 代理人	100079049 弁理士 中島 淳
		(74) 代理人	100084995 弁理士 加藤 和詳
		(74) 代理人	100085279 弁理士 西元 勝一
		(74) 代理人	100099025 弁理士 福田 浩志
		(72) 発明者	中沢 博 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士 ゼロックス株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 静電潜像現像用トナー及びその製造方法、並びに静電潜像現像剤

(57) 【要約】

【課題】 低速から高速プロセスに使用された場合においても、帯電性、転写性に優れ、オイルレス定着においてもオフセット発生温度のばらつきがなく、かつブレードクリーニングにおける感光体上の残存トナーの長期に渡るクリーニング性に優れる静電潜像現像用トナー及びその製造方法、並びに静電潜像現像剤を提供することである。

【解決手段】 少なくとも結着樹脂、着色剤及び離型剤を含有する静電潜像現像用トナーであって、体積平均粒径が5～8 μmの範囲、形状係数SF1が1.25～1.40の範囲であり、かつ算術平均高さ分布の累積90%の値が0.15～0.25 μmの範囲であることを特徴とする静電潜像現像用トナーである。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも結着樹脂、着色剤及び離型剤を含有する静電潜像現像用トナーであって、体積平均粒径が $5 \sim 8 \mu\text{m}$ の範囲、形状係数 $S F 1$ が $125 \sim 140$ の範囲であり、かつ算術平均高さ分布の累積 90% の値が $0.15 \sim 0.25 \mu\text{m}$ の範囲であることを特徴とする静電潜像現像用トナー。

【請求項 2】

少なくともトナーを含む静電潜像現像剤であって、前記トナーが、少なくとも結着樹脂、着色剤及び離型剤を含有し、体積平均粒径が $5 \sim 8 \mu\text{m}$ の範囲、形状係数 $S F 1$ が $125 \sim 140$ の範囲であり、かつ算術平均高さ分布の累積 90% の値が $0.15 \sim 0.25 \mu\text{m}$ の範囲であることを特徴とする静電潜像現像剤。 10

【請求項 3】

少なくとも結着樹脂、着色剤及び離型剤を含有する静電潜像現像用トナーであって、体積平均粒径が $5 \sim 8 \mu\text{m}$ の範囲、形状係数 $S F 1$ が $125 \sim 140$ の範囲であり、かつ算術平均高さ分布の累積 90% の値が $0.15 \sim 0.25 \mu\text{m}$ の範囲であることを特徴とする静電潜像現像用トナーの製造方法であって、

体積平均粒径が $1 \mu\text{m}$ 以下の樹脂微粒子を分散した樹脂微粒子分散液と、着色剤粒子分散液と、離型剤粒子分散液とを混合し、少なくとも加熱することにより前記樹脂微粒子、着色剤粒子、及び離型剤粒子を凝集させて凝集粒子を形成し、次いで、前記樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度に加熱せしめ融合させ、トナー粒子を形成する工程を含むことを特徴とする静電潜像現像用トナーの製造方法。 20

【請求項 4】

前記離型剤の融点 T_m と、前記融合における融合温度 T_f 、融合時間 t と、トナーの形状係数 $S F 1$ とで表される変数 P が、下記式 (1) で示される範囲内にあることを特徴とする請求項 3 に記載の静電潜像現像用トナーの製造方法。

$$245 \leq P \leq 290 \quad \dots \quad (1)$$

(式中、 P は $(2.137 \times S F 1) - (0.003 \times (T_f - T_m) \times t)$ を示す)。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、電子写真法や静電記録法などにより静電潜像を現像するとき用いる静電荷像現像用トナー及びその製造方法、並びに静電潜像現像剤に関する。 30

【背景技術】

【0002】

電子写真法などの静電潜像を経て画像情報を可視化する方法は、現在様々な分野で利用されている。この方法では、電子写真法の帯電・露光工程において感光体(潜像保持体)上に静電潜像を形成し、静電潜像現像用トナー(以下、「トナー」という場合がある)を含む静電潜像現像剤(以下、「現像剤」という場合がある)で静電潜像を現像し、転写し、定着して可視化される。ここで用いる現像剤には、トナーとキャリアからなる2成分現像剤と、磁性トナーまたは非磁性トナーを単独で用いる1成分現像剤とがある。 40

【0003】

上記トナーは、通常可塑性樹脂を顔料、帯電制御材、およびワックス等の離型材とともに溶融混練し冷却した後、微粉碎し、さらに分級する混練粉碎法で製造される。このトナーは流動性やクリーニング性を改善するために、無機微粒子や有機微粒子をトナー粒子表面に添加して使用されることがある。

【0004】

また最近では、高度な情報化社会の進展により、様々な手法で構築された情報ドキュメントを、より高い画質の画像で提供することが求められており、種々の画像形成法において高画質化の研究が進められている。電子写真法を用いる画像形成法においても、この要求は例外ではなく、特に電子写真法においては、より高精細な画像を実現するために、トナ 50

ーの小径化とシャープな粒度分布を有するトナーが求められている。

【0005】

しかし、通常のトナー作製法である混練粉砕法における粉砕・分級操作では、粉砕に高いエネルギーが必要であったり、またトナー粒子間の凝集性が増加するため、特に微粒子の分級が困難になり結果的に、小径化の要求に対して対応できない等の問題を有する。更にトナー形状、トナー表面構造が不定形であり、使用材料の粉砕性能や粉砕工程の条件により微妙に変化するものの意図的なトナー形状及び表面構造の制御は困難である。

【0006】

また、混練粉砕法では材料選択の範囲に制限があり、具体的には、樹脂着色剤分散体が十分に脆く、経済的に可能な製造装置で微粉砕されうる物でなければならないが、樹脂着色剤分散体を脆くすると現像器中において与えられる機械的せん断力などによりさらに微粉を発生させたりする。これらの影響により2成分現像剤においては、微粉のキャリア表面への固着による現像剤の帯電劣化が加速されたり、1成分現像剤においては、粒度分布の拡大により、トナー飛散が生じたり、トナー形状の変化による現像性の低下により画質の劣化が生じやすくなる。

10

【0007】

また、ワックスなどの離型剤を多量に内添してトナー化する場合、熱可塑性樹脂との組合せにより、表面への離型剤の露出が多くなる。特に高分子量成分により弾性が増したやや粉砕されにくい樹脂とポリエチレンやポリプロピレンの様な脆いワックスとの組合せでは、トナー表面にはこれらのワックス成分の露出が多く見られる。これらは定着時の離型性や感光体上からの未転写のトナーのクリーニングには有利であるものの、表層のポリエチレンが機械力により容易に移行するために現像ロールや感光体、キャリアへの汚染を生じやすくなり、信頼性の低下に繋がる。

20

【0008】

更に、トナー形状が不定形であることにより、流動性助剤の添加によっても流動性が十分でないことがあり、使用中の機械的せん断力によるトナー表面の微粒子のトナー凹部への移動により、経時的に流動性が低下したり、流動性助剤のトナー内部への埋没が起ることで、現像性/転写性/クリーニング性が悪化する。また、クリーニングにより回収されたトナーを再び現像機に戻して使用すると更に画質の低下を生じ易い。これらを防ぐためにさらに流動性助剤を増加すると感光体上への汚染、フィルミング、傷などを発生させてしまう。

30

【0009】

このため、混練粉砕法とは異なる懸濁重合法などの種々の重合法を用いたトナーの製造法が検討されているが(例えば、特許文献1~3参照)、近年、意図的にトナー形状及び表面構造の制御を可能とする手段として、乳化重合凝集法によるトナーの製造方法が提案されている(例えば、特許文献4参照)。これらは一般に、乳化重合等の重合法により樹脂微粒子の分散液を作製し、他方、溶媒に着色剤を分散させた着色剤粒子分散液を作製し、これらを混合した後、加熱及び/またはpH制御、凝集剤添加などにより上記の樹脂微粒子と着色剤とを所望の粒子径になるまで凝集させ、その後凝集粒子を所望の粒子径で安定させ、次いで、樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度に過熱して融合させてトナーを作製するものである。

40

【0010】

乳化重合凝集法で得たトナー粒子は、その粒度分布特性において従来の懸濁重合法等に代表される他の重合法で得たトナー粒子と比較して極めて優れた特性(特に粒度分布がシャープであり、分級操作を必要としない)を示し、これをトナーとして用いれば高品質の画質を長期に渡り得ることが可能である。また、乳化重合凝集法によるトナーの作製方法は、凝集粒子を樹脂微粒子のガラス転移点(Tg)以上に加熱して融合させることから、その加熱の仕方やpHの制御により、不定形の形状から、球形の粒子状態のトナーまで様々な形状のトナーを作製することができるため、使用される電子写真システムにおいて、いわゆるポテト形状から球形までの範囲で形状の選択が可能である。

50

【0011】

一方、静電潜像の忠実再現性を考慮すると付着力が弱く現像性、転写性に有利である小径・球状のトナーが好んで使用されるが、転写後に潜像保持体上に残るトナーのクリーニングを安価なクリーニングシステムであるブレードクリーニングで行うと、クリーニング性が劣り、クリーニング不良による黒筋、色筋などの障害が発生する。また、形状が不定形の様な形状であると、ブレードクリーニングシステムにおけるクリーニング性は優れるが、転写性の低下や、外添剤の凹部への移動、現像器内ストレスによる外添剤の局所的埋没等に基づく転写性、現像性の低下が発生し、画質の劣化、下地部へのかぶりの発生、及び転写効率低下によるトナー消費量増大などの問題を生じる。

【0012】

以上の観点から、安価なブレードクリーニングシステムを使用する電子写真システムにおいては、ポテト形状（形状係数 $SF1$ （後述）：125～140）のトナーが多く使用されている。しかしながら、形状という視点では分布が広く、更に形状とトナー表面の凹凸程度とを別々にコントロールすることが不可能であるため、形状分布や表面凹凸状態の分布も広くなり、融合が不十分で表面に凹凸のある粒子や逆に融合が進んで表面が滑らかな粒子が混在することになる。これらの粒径・形状等を他の製法よりはコントロールし易い前記乳化重合凝集法によるトナーにおいても、トナー表面性を自由に制御することは非常に難しく、現像性/転写性/クリーニング性をすべて満足させる形状範囲は非常に狭い領域でのみ達成することであり、製造する場合に細かな制御が必要になってしまう。

【0013】

また、近年の高速化やこれに伴う低エネルギー消費の観点から、均一帯電性、持続性、トナー強度、狭粒度分布のトナーが益々重要になりつつある。更に、これらのマシンの高速化や省エネルギー性等に鑑みると、一層の低温定着性も必要となる。定着性向上の観点からはトナー中に離型剤成分が添加されるが、一般にこの離型剤成分としては、定着時の低温オフセットを防止する目的でポリオレフィン系ワックスが内添されている。また、これと併せて定着ローラーに微量のシリコンオイルを均一に塗布せしめ高温オフセット性の向上を図っている。このため、出力された被記録体にはシリコンオイル成分が付着しており、扱う際にべたつき等の不快感あり好ましくない。

【0014】

この問題に対し、トナー中に大量の離型剤成分を内包させたオイルレス定着用のトナーが提案されている（例えば、特許文献5参照）。しかしこの場合、多量の離型剤の添加によってある程度は高温オフセット性の改善を行うことができるが、バインダー樹脂（結着樹脂）成分と離型剤とが相溶してしまい、均一で安定した離型剤の染み出しが得られないことから耐高温オフセットに対する安定性は得にくい。更に、トナーのバインダー樹脂の凝集力を制御する手段がバインダー樹脂の重量平均分子量（ Mw ）、 Tg に依存するため、離型剤であるワックスの内部構造、表面構造を併せて制御することは難しく、トナーの定着時における曳糸性、凝集性、高温オフセット性を直接的に制御することは困難である。加えて、離型剤の遊離成分が帯電障害の原因となることもある。

【0015】

これらの問題点を解決する方法として、バインダー樹脂の剛直性を高分子量成分の添加や化学架橋の導入によって補填し、結果的にトナーの定着温度における曳糸性を減少させるオイルレス定着における高温オフセット性を改善する方法が提案されている（例えば、特許文献6～9参照）。しかし、単に架橋剤成分をバインダー樹脂内に添加した場合等においては、トナーの粘性、即ち溶融時の凝集力は大きくなりバインダー樹脂自体の剛直性が増加するためオイルレスにおける温度依存性やトナー載り量依存性等はある程度改善できるものの、定着画像の折り曲げ耐性が乏しくなったり、オイルレス定着における剥離の温度依存性やトナー載り依存性を両立することは困難となったりする問題がある。特に、低温低圧の省エネルギータイプの定着装置やプリントスピードの早いタイプの複写機、プリンターに用いた場合、満足な定着画像を得ることは基本的に困難である。

【0016】

以上のように、前記混練粉碎法、懸濁重合法、乳化重合凝集法のどの製法においても、定着性、現像性、転写性、クリーニング性、画質及び現像維持性をすべて満足するものは得られていないというのが現状である。

【特許文献 1】特開昭 60 - 57954 号公報

【特許文献 2】特開昭 62 - 73276 号公報

【特許文献 3】特開平 5 - 27476 号公報

【特許文献 4】特開平 6 - 250439 号公報

【特許文献 5】特開平 5 - 61239 号公報

【特許文献 6】特開平 4 - 69666 号公報

【特許文献 7】特開平 9 - 258481 号公報

10

【特許文献 8】特開昭 59 - 218459 号公報

【特許文献 9】特開昭 59 - 218460 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0017】

本発明は、かかる従来の特ナーにおける上述のごとき問題点を解決した静電潜像現像用トナー及びその製造方法、並びに静電潜像現像剤を提供するものである。

すなわち、本発明は、低速プロセスから高速プロセスまでの広い範囲に使用された場合においても、帯電性、転写性に優れ、オイルレス定着においてもオフセット発生温度のばらつきがなく、かつブレードクリーニングにおける感光体上の残存トナーの長期に渡るクリーニング性に優れた静電潜像現像用トナー及びその製造方法、並びに静電潜像現像剤を提供することを目的とする。

20

【課題を解決するための手段】

【0018】

本発明者等は、上記問題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、少なくとも結着樹脂、着色剤、離型剤からなる電子写真用トナーの体積平均粒径、形状係数 $SF1$ の制御に加え、算術平均高さ分布の累積 90% の値（以下、「滑り度」という場合がある）を制御することにより、現像性、転写性、クリーニング性に優れ、濃度変化、かぶり、画質劣化、色筋等のディフェクトのない安定した画像が長期に渡り得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

30

【0019】

更に、本発明の好ましい表面性を有するトナーに、離型剤として融点が一定範囲のパラフィンワックスを使用することにより、小粒径領域においても選択すべき形状ラチチュードの広い（即ち現像性、転写性・クリーニング性に優れた）トナーを得られること、また、好ましい定着性、すなわち高温オフセット性に優れることも見出された。

【0020】

また発明者等は、前記本発明の製造方法として、乳化凝集一法の作製プロセスを使用し、該乳化凝集一法における材料特性・工程条件をある範囲内に設定することにより、形状とトナー表面性の独立制御を可能とすることができ、現像性、転写性、クリーニング性に対する形状ラチチュードの広いトナーを得ることも見出した。

40

【0021】

すなわち本発明は、

< 1 > 少なくとも結着樹脂、着色剤及び離型剤を含有する静電潜像現像用トナーであって、体積平均粒径が $5 \sim 8 \mu\text{m}$ の範囲、形状係数 $SF1$ が $125 \sim 140$ の範囲であり、かつ算術平均高さ分布の累積 90% の値が $0.15 \sim 0.25 \mu\text{m}$ の範囲であることを特徴とする静電潜像現像用トナーである。

【0022】

前記離型剤としては、融点が $75 \sim 100$ の範囲のパラフィンワックスであることが好ましく、融点が $80 \sim 100$ の範囲であることがより好ましい。

【0023】

50

< 2 > 少なくともトナーを含む静電潜像現像剤であって、前記トナーが、少なくとも結着樹脂、着色剤及び離型剤を含有し、体積平均粒径が5～8 μmの範囲、形状係数SF1が125～140の範囲であり、かつ算術平均高さ分布の累積90%の値が0.15～0.25 μmの範囲であることを特徴とする静電潜像現像剤である。

【0024】

< 3 > 少なくとも結着樹脂、着色剤及び離型剤を含有する静電潜像現像用トナーであって、体積平均粒径が5～8 μmの範囲、形状係数SF1が125～140の範囲であり、かつ算術平均高さ分布の累積90%の値が0.15～0.25 μmの範囲であることを特徴とする静電潜像現像用トナーの製造方法であって、

体積平均粒径が1 μm以下の樹脂微粒子を分散した樹脂微粒子分散液と、着色剤粒子分散液と、離型剤粒子分散液とを混合し、少なくとも加熱することにより前記樹脂微粒子、着色剤粒子、及び離型剤粒子を凝集させて凝集粒子を形成し、次いで、前記樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度に加熱せしめ融合させ、トナー粒子を形成する工程を含むことを特徴とする静電潜像現像用トナーの製造方法である。

10

【0025】

前記凝集粒子の形成は、2価の金属塩を添加することによって行うことが好ましい。

【0026】

< 4 > 前記離型剤の融点 T_m と、前記融合における融合温度 T_f 、融合時間 t と、トナーの形状係数SF1とで表される変数 P が、下記式(1)で示される範囲内にあることを特徴とする< 3 >に記載の静電潜像現像用トナーの製造方法である。

20

$$2.45 \leq P \leq 2.90 \quad \dots \quad (1)$$

(式中、 P は $(2.137 \times SF1) - (0.003 \times (T_f - T_m) \times t)$ を示す)。

【発明の効果】

【0027】

本発明によれば、低速プロセスから高速プロセスまでの広い範囲に使用された場合においても、帯電性、転写性に優れるため飛び散りもなく、精細な画像が得られ、かつクリーニング性の優れるために長期に渡るクリーニング不良による黒筋等の画質欠陥もなく、加えてオイルレス定着において、耐ホットオフセット性に代表される定着特性に優れた静電荷現像用トナー及びその製造方法、並びに静電潜像現像剤を容易に提供できる。

【発明を実施するための最良の形態】

30

【0028】

以下、本発明を詳細に説明する。

< 静電潜像現像用トナー及びその製造方法 >

本発明の静電潜像現像用トナーは、少なくとも潜像保持体上に潜像を形成する潜像形成工程、現像剤担持体上に薄層形成された現像剤を用いて該潜像保持体上の潜像を現像する現像工程、潜像保持体上のトナー画像を転写体に転写する転写工程、および転写体上のトナー画像を熱定着する定着工程及び潜像保持体上に転写後残るトナーをブレードによりクリーニングする工程を有する画像形成装置に使用される。

【0029】

そして、本発明の静電潜像現像用トナーは、少なくとも結着樹脂、着色剤及び離型剤を含有する静電潜像現像用トナーであって、体積平均粒径が5～8 μmの範囲、形状係数SF1が125～140の範囲であり、かつ算術平均高さ分布の累積90%の値が0.15～0.25 μmの範囲であることを特徴とする。

40

【0030】

本発明においては、トナーの粒径、形状の制御に加え、算術平均高さの分布の累積90%値というトナー表面の粗さの均一性の指標を制御することにより、従来より容易に前記現像性、転写性、クリーニング性等の特性を全て満足できることを見出したものである。

【0031】

一般にトナーの現像性、転写性、クリーニング性はトナーの粒径、形状に大きく影響される。前記現像性はトナーの感光体表面の静電潜像に対する付着の程度を示すものであり

50

、同じ帯電量であればトナー粒径の大きい粒子の方が現像されやすい。また、形状係数 $S F 1$ が小さい（より球形に近くなる）方が、トナーがキャリア等の帯電部材との帯電を均一に得ることができる点で有利である。前記転写性に関しては、感光体表面から用紙（被記録体）等へ転写される工程において、感光体とトナーとの接触面積が小さいほど、すなわち形状が球形に近いほど有利になる。

【0032】

ここで上記形状係数 $S F 1$ は、下記式（2）により求められる。

$$S F 1 = (M L^2 / A) \times (\quad / 4) \times 1 0 0 \quad \cdot \cdot \cdot \quad \text{式 (2)}$$

上記式（2）中、 $M L$ はトナー粒子の絶対最大長、 A はトナー粒子の投影面積を各々示す。

10

【0033】

前記 $S F 1$ は、主に顕微鏡画像または走査電子顕微鏡（SEM）画像を画像解析装置を用いて解析することによって数値化され、例えば、以下のようにして算出することができる。すなわち、スライドガラス表面に散布したトナーの光学顕微鏡像をビデオカメラを通じてルーゼックス画像解析装置に取り込み、50個以上のトナー粒子の最大長と投影面積を求め、上記式（2）によって計算し、その平均値を求めることにより得られる。

【0034】

これに対して、前記クリーニング性は、前述の如くブレードクリーニングシステムを用いる場合、トナーがブレードをすり抜けてしまうという問題を回避するためには、不定形のトナーの方が有利である。

20

【0035】

以上の観点から、トナーの粒径と形状に関しては、体積平均粒径が $5 \sim 8 \mu m$ の範囲、形状係数 $S F 1$ が $125 \sim 140$ の範囲がそれぞれ好ましい範囲となるが、トナーの体積平均粒径と形状係数 $S F 1$ の制御だけでは前記現像性、転写性、クリーニング性に優れたトナーを得ることができない場合があり、また得ることができても、その制御範囲が極めて狭くトナーの作製が困難な場合がある。

【0036】

特にトナーの形状係数 $S F 1$ は、前記のように投影画像から求められるものであって、投影に対する立体方向を考慮していないため、同一の形状係数 $S F 1$ を有するトナーであっても、転写、クリーニング性が大きく異なるトナーが生じてしまうことがある。

30

【0037】

本発明の静電潜像現像用トナーは、この点に注目してトナーの算術平均高さ分布の累積90%の値という新規な制御因子を導入し、この値が $0.15 \sim 0.25 \mu m$ の範囲に制御することで上記問題を解消し得るものである。すなわち、前記トナーの算術平均高さ分布の累積90%の値はトナー表面の微小な粗さの均一性を表す指標であり、本発明においては、これが形状係数 $S F 1$ では示すことができないトナー表面の実際の感光体等との付着状態と密接に関係するものであることが見出された。

【0038】

具体的には、トナーの算術平均高さ分布の累積90%の値を前記範囲とすることにより、これまで同一の形状係数 $S F 1$ でばらつきが大きかった感光体や帯電部材とトナー表面との付着状態を均一化できるため、形状係数 $S F 1$ での制御のラチチュードを大幅に向上させることができた。すなわち、トナーの体積平均粒径が $5 \sim 8 \mu m$ の範囲、形状係数 $S F 1$ が $125 \sim 140$ の範囲であって、かつトナー表面の算術平均高さ分布の累積90%の値が $0.15 \sim 0.25 \mu m$ の範囲であれば、トナーの現像性に必要な帯電部材との均一な帯電が得られるだけでなく、転写性に必要な適度な感光体との付着状態が得られ、かつ、クリーニング性に有利な適度な形状を維持できるものである。

40

【0039】

本発明の静電潜像現像用トナーとしては、前記効果が最も有効に得るために体積平均粒径が $5 \sim 8 \mu m$ の範囲であること必要である。また、体積平均粒径は所望の現像性、転写性、クリーニング性を同時に得るため、 $5 \sim 7 \mu m$ の範囲であることが好ましく、 5.5

50

～7 μmの範囲であることがより好ましい。トナーの体積平均粒径が5 μm未満であると、クリーニング性が悪化するだけでなく、高帯電起因による現像性、転写性の低下が出現し始め、背景かぶりの発生、低転写効率による画質の劣化が起こり、また2成分現像剤の場合は、トナー流動性向上のために添加されている外添剤によるキャリア汚染、トナー汚染が発生し、長期に良好な画像を得ることが難しくなる。また、体積平均粒径が8 μmを超えると、算術平均高さ分布の累積90%の値が0.15～0.25 μmの範囲に入りにくくなるだけでなく、感光体上に形成される静電潜像の忠実再現性がトナー飛び散りなどにより劣り始め、細線再現性、粒状性等に劣る画像になってしまう。

【0040】

また、前記トナーの形状係数SF1は、良好な転写性、クリーニング性を得る観点から、125～135の範囲が好ましく、125～133の範囲がより好ましい。形状係数SF1が125未満の場合は転写残トナーのクリーニング性が劣り、また140を超えた場合は転写性が著しく低下する。

10

【0041】

前記算術平均高さ分布の累積90%の値は、転写性及びクリーニング性の両立可能なトナー特性領域を拡大させる観点から、0.17～0.23 μmの範囲が好ましく、0.18～0.20 μmの範囲がより好ましい。算術平均高さ分布の累積90%の値が0.15 μm未満の場合、クリーニング性が低下し黒筋等の画像欠陥が現れる。また、0.25 μmを超える場合、転写性が著しく低下するだけでなく、外添剤、ことに流動化付与を目的とした小径外添剤のトナー表面凹部への埋め込みが生じるため、転写性の著しい低下とともに現像性も低下し、トナー消費量の増大並びに帯電量分布が不均一となり、トナー飛び散り等により機内汚れ、かぶりを発生させてしまう。

20

なお、上記算術平均高さ分布の累積90%の値の測定法については後述する。

【0042】

本発明に用いるトナーに使用する離型剤としては、公知のものが使用できる。離型剤の例としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン等の低分子量ポリオレフィン類；加熱により軟化点を有するシリコン類；オレイン酸アミド、エルカ酸アミド、リシノール酸アミド、ステアリン酸アミド等のような脂肪酸アミド類；や、カルナウバワックス、ライスワックス、キャンドリラワックス、木ロウ、ホホバ油等のような植物系ワックス；ミツロウのごとき動物系ワックス；モンタンワックス、オゾケライト、セレシン、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、マイクロクリスタリンワックス、フィッシュアトロプシュワックス等のような鉱物、石油系ワックス、合成ワックス；及びそれらの変性物が挙げられる。

30

【0043】

これら公知の離型剤の中では、特に融点が75～100の範囲のパラフィンワックスを用いると、定着特性、詳しくは高温領域のオフセット性に関して特に有意性が得られるため好ましい。さらに上記融点は、80～100の範囲であることがより好ましい。

【0044】

また、上記パラフィンワックス以外にも、特に融点が75～100の範囲のフィッシュアトロプシュワックスを使用することにより、低速領域から高速領域までのいかなるプロセススピードの画像形成装置においても高温領域でのオフセット性が良好であると共に、ブレードクリーニング適性に優れるため好ましい。さらに、上記融点は、80～100の範囲であることがより好ましい。

40

【0045】

前記パラフィンワックスまたはフィッシュアトロプシュワックス以外のワックスを使用すると、例えば低速プロセススピード適性があるものは高速プロセス適性がないといったように、低速領域から高速領域まですべての領域での定着特性を満足することはできない場合がある。

【0046】

また、融点が75を下回ると、トナーの保管特性及び流動性の悪化に伴うトナーディ

50

スぺンス性低下による低濃度、トナー固化によるトリマー部の詰りに伴う白筋などの画像ディフェクトが発生する場合がある。100 を超えると、離型剤の種類違いと同様に低速領域から高速領域まですべての領域での定着特性を満足することができないとともに、離型剤の定着画像表面への染み出しが悪いためか、高温でのオフセットが発生する場合がある。

【0047】

これらの離型剤の添加量は、トナー全体の5～20質量%の範囲が好ましく、7～13質量%の範囲がより好ましい。添加量が5質量%未満では、高温でのオフセットが発生する場合があり、また、20質量%を超えると、結着樹脂で離型剤の表面を覆ってもトナー流動性が悪くなる場合がある。

10

【0048】

以下、本発明の静電潜像現像用トナーの製造方法について、トナーの構成を含めて説明する。

本発明の静電潜像現像用トナーは、混練粉碎法、懸濁重合法、溶解懸濁法、及び乳化凝集一法などいかなる製法でも作製可能であるが、特に乳化凝集一法が粒度分布がシャープであり、状況によっては分級操作を必要としないこと、更にトナー形状の制御性、トナー表面性の制御性などの観点より好ましい。

【0049】

上記乳化凝集一法は、乳化重合等によって生成した樹脂微粒子を分散した分散液と、着色剤粒子分散液と、離型剤粒子分散液とを混合し、加熱により、あるいは加熱と分散液中のpH制御及び/または凝集剤の添加とにより(少なくとも加熱することにより)、前記樹脂微粒子、着色剤粒子、及び離型剤粒子をトナー粒径の大きさまで凝集させ凝集粒子とした後、樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度に加熱し、上記凝集粒子を融合してトナー粒子を得る方法である。

20

【0050】

なお、前記凝集の途中で、樹脂弾性を持たせる目的で無機酸化物を、また帯電制御を目的として帯電制御剤分散液等の添加物を加えてもよい。更に、トナー表面に着色剤、離型剤等を露出させないようにする目的で樹脂微粒子分散液を加えることもできる。特に、樹脂微粒子を付着させ融合する方法は、着色剤、離型剤の表面露出を低減でき、トナーの流動性を向上させ帯電の環境依存性を低減させることができるため好適である。

30

【0051】

前記樹脂微粒子に使用される樹脂(結着樹脂)は、特に制限されないが、例えば熱可塑性樹脂などを挙げることができる。具体的には、スチレン、パラクロロスチレン、 α -メチルスチレン等のスチレン類; アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-プロピル、アクリル酸n-ブチル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸n-プロピル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸2-エチルヘキシル等のビニル基を有するエステル類; アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類; ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類; ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロペニルケトン等のビニルケトン類; エチレン、プロピレン、ブタジエンなどのポリオレフィン類; など単量体の重合体を用いることができる。更に架橋成分として、例えば、ペンタンジオールジアクリレート、ヘキサジオールジアクリレート、デカンジオールジアクリレート、ノナンジオールジアクリレート等のアクリル酸エステルを用いることができる。

40

【0052】

また、これらの単量体などの重合体以外に、これらを2種以上組み合わせて得られる共重合体またはこれらの混合物、さらにはエポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエーテル樹脂等の非ビニル縮合系樹脂、あるいは、これらと前記ビニル系樹脂との混合物やこれらの共存下で前記ビニル系単量体を重合する際に得られるグラフト重合体等を挙げることができる。

50

【0053】

本発明で用いる樹脂微粒子分散液は、乳化重合法またはそれに類似した不均一分散系の重合法で容易に得ることができる。また、予め溶液重合法や塊状重合法等で均一に重合した重合体を、その重合体が溶解しない溶媒中へ安定剤とともに添加して機械的に混合分散する方法など、任意の方法で得ることができる。

【0054】

例えば、ビニル系単量体の場合は、イオン性の界面活性剤などを用いてその製法に応じて、乳化重合、懸濁重合を実施して樹脂微粒子分散液を作製することができる。また、その他の樹脂の場合は、油性で水への溶解度の比較的低い溶剤に溶解するものであれば、樹脂をそれらの溶剤に解かして水中にイオン性の界面活性剤や高分子電解質とともにホモジナイザーなどの分散機により水中に微粒子分散し、その後加熱または減圧して溶剤を蒸散することにより、樹脂微粒子分散液を作製することができる。

10

【0055】

本発明における樹脂微粒子分散液の樹脂微粒子粒径は、体積平均粒径で1 μ m以下であり、好ましくは100~800 nmの範囲である。平均粒径が1 μ mを越えると、凝集融合して得るトナー粒子の粒度分布が広がったり、遊離粒子が発生してトナーの性能や信頼性の低下を招く。なお、100 nm未満ではトナーを凝集成長させるのに時間を要し工業的には適さない場合があり、800 nmを超えると、離型剤及び着色剤の分散が不均一となると共にトナー表面性の制御が困難になる場合がある。

【0056】

前記界面活性剤としては、硫酸エステルスルホン酸塩系、燐酸エステル系、せっけん系等のアニオン界面活性剤；アミン塩型、4級アンモニウム塩型等のカチオン系界面活性剤；以外に、ポリエチレングリコール系、アルキルフェノールエチレンオキサイド付加物系、アルキルアルコールエチレンオキサイド付加物系、多価アルコール系等の非イオン性界面活性剤、及び種々のグラフトポリマー等を挙げることができるが、特に制限されるものではない。

20

【0057】

乳化重合法で樹脂微粒子分散液を作製する場合は、少量の不飽和酸、例えばアクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、スチレンスルホン酸等を保護コロイド層を形成することができ、ソープフリー重合が可能になるので特に好ましい。

30

【0058】

本発明に用いる樹脂微粒子のガラス転移点は、45 ~ 60 の範囲にあることが好ましい。更に50~60 の範囲にあることがより好ましく、53~60 の範囲がさらに好ましい。ガラス転移点が45 より低いとトナー粉体が熱でブロッキングしやすく、60 以上であると定着温度が高くなりすぎてしまう場合がある。

【0059】

また、本発明に用いる樹脂微粒子は、重量平均分子量Mwが15000~60000の範囲にあることが好ましく、20000~50000の範囲がより好ましく、25000~40000の範囲がさらに好ましい。

【0060】

重量平均分子量Mwが60000より大きいと、定着時の粘弾性が高く定着温度が高くなるばかりか、高光沢に必用な平滑な定着画像表面が得られにくい場合があり、また、重量平均分子量Mwが15000より小さいと、定着工程時のトナーの溶融粘度が低く、凝集力に乏しいためホットオフセットが生じてしまう場合がある。

40

【0061】

なお、本発明の静電潜像現像用トナーの製造方法は、上記乳化重合法に限られるわけではないが、後述するように、作製されたトナーにおけるガラス転移点、重量平均分子量も前記と同様の範囲である。

【0062】

前記離型剤については、水中にイオン性の界面活性剤や高分子酸、高分子塩基などの高

50

分子電解質とともに分散し、離型剤の融点以上に加熱するとともに、強いせん断力を付与できるホモジナイザーや圧力吐出型分散機を用いて微粒子化し、離型剤粒子の体積平均粒径が1 μm以下の離型剤粒子分散液を作製することができる。

【0063】

上記離型剤粒子のより好ましい体積平均粒径は、100～500 nmの範囲である。体積平均粒径が100 nm未満では、使用される樹脂特性にも左右されるが、一般に離型剤がトナー中に取り込まれにくくなる場合がある。また、500 nmを超えると、トナー中の離型剤分散状態が良好になりにくい場合がある。また、これらの離型剤粒子は、その他の樹脂微粒子成分とともに混合溶媒中に一度に添加してもよいし、分割して多段に添加してもよい。

10

【0064】

本発明に使用される着色剤としては、例えば、カーボンブラック、クロムイエロー、ハンザイエロー、ベンジジンイエロー、スレンイエロー、キノリンイエロー、パーマネントイエロー、パーマネントオレンジGTR、ピラゾロンオレンジ、バルカンオレンジ、ウォッチヤングレッド、パーマネントレッド、プリリアントカーミン3B、プリリアントカーミン6B、デュボンオイルレッド、ピラゾロンレッド、リソールレッド、ロードミンブレーキ、レーキレッドC、ローズベンガル、アニリンブルー、ウルトラマリブルー、カルコオイルブルー、メチレンブルークロライド、フタロシアニンブルー、フタロシアニングリーン、マラカイトグリーンオキサレートなどの種々の顔料；アクリジン系、キサンテン系、アゾ系、ベンゾキノ系、アジン系、アントラキノ系、ジオキサジン系、チアジン系、アゾメチン系、インジゴ系、チオインジゴ系、フタロシアニン系、トリフェニルメタン系、ジフェニルメタン系、チアジン系、チアゾール系、キサンテン系などの各種染料などを挙げることができる。これらの着色剤は1種単独で使用しても良いし、2種以上を併用しても良い。

20

【0065】

また、磁性トナーとして用いる場合は、フェライトやマグネタイト、還元鉄、コバルト、ニッケル、マンガン等の金属、合金、またはこれら金属を含む化合物などの磁性粉を使用する。

【0066】

着色剤の分散方法は、任意の方法、例えば回転せん断型ホモジナイザーや、メディアを有するボールミル、サンドミル、ダイノミル、アルティマイザーなどの一般的な分散手段を採用することができ、なんら制限されるものではない。

30

【0067】

具体的には、着色剤は水中にイオン性界面活性剤や高分子酸、高分子塩基などの高分子電解質とともに分散される。分散された着色剤粒子の体積平均粒径は1 μm以下であれば良いが、80～500 nmの範囲であれば、凝集性を損なうことなく、かつトナー中の着色剤の分散が良好となるので好ましい。

【0068】

なお、以上で説明した各体積平均粒径は、例えばレーザー回折式粒度分布測定機や、遠心式粒度分布測定機等を用いて測定することが可能である。

40

【0069】

本発明においては、目的に応じて、前記樹脂微粒子、着色剤粒子、及び離型剤粒子以外に、内添剤、帯電制御剤、無機粒子、有機粒子、滑剤、及び研磨剤などのその他の成分（粒子）を添加させることが可能である。添加方法は、前記樹脂微粒子分散液、着色剤粒子分散液、離型剤粒子分散液中に前記粒子を分散させてもよいし、樹脂微粒子分散液、着色剤粒子分散液、離型剤粒子分散液などを混合してなる混合液中に、前記微粒子を分散させてなる分散液を添加して混合してもよい。

【0070】

前記内添剤としては、例えば、フェライト、マグネタイト、還元鉄、コバルト、マンガン、ニッケル等の金属、合金、またはこれら金属を含有する化合物などの磁性体などが挙

50

げられ、トナー特性としての帯電性を阻害しない程度の量が使用できる。

【0071】

前記帯電制御剤としては、特に制限はないが、特にカラートナーを用いた場合、無色または淡色のものが好ましく使用できる。例えば、4級アンモニウム塩化合物、ニグロシン系化合物、アルミニウム、鉄、クロムなどの錯体からなる染料、トリフェニルメタン系顔料などが挙げられる。

【0072】

前記無機粒子としては、例えば、シリカ、チタニア、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、リン酸三カルシウム、酸化セリウム等、通常トナー表面の外添剤を使用することができる。前記有機粒子としては、例えば、ビニル系樹脂、ポリエステル樹脂、シリコーン樹脂等の通常トナー表面の外添剤として使用される全ての粒子が挙げられる。なお、これらの無機粒子、有機粒子は、流動性助剤、クリーニング助剤等として使用することができる。

10

【0073】

前記滑剤としては、例えば、エチレンビスステアリル酸アミド、オレイン酸アミド等の脂肪酸アミド、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウムなどの脂肪酸金属塩等が挙げられる。また、前記研磨剤としては、例えば、前述のシリカ、アルミナ、酸化セリウムなどが挙げられる。

【0074】

前記樹脂微粒子、着色剤粒子、及び離型剤粒子を混合した場合における、前記着色剤粒子の含有量としては、50質量%以下であれば良く、2~40質量%程度の範囲であるのが好ましい。

20

また、前記その他の成分の含有量としては、本発明の目的を阻害しない程度であればよく、一般的には極少量であり、具体的には0.01~5質量%の範囲であり、好ましくは0.5~2質量%の範囲である。

【0075】

本発明における、樹脂粒子分散液、着色剤粒子分散液、離型剤粒子分散液、およびその他の成分における分散媒としては、例えば水系媒体などが挙げられる。該水系媒体としては、例えば、蒸留水、イオン交換水等の水、アルコールなどが挙げられる。これらは、1種単独で使用しても良いし、2種以上を併用しても良い。

30

【0076】

本発明に用いられる前記凝集剤は、樹脂微粒子分散液や着色剤粒子分散液に用いる界面活性剤と逆極性の界面活性剤の他、2価以上の無機金属塩を好適に用いることができる。特に、無機金属塩を用いた場合には界面活性剤の使用量を低減でき、帯電特性を向上させることができるので好適である。

【0077】

上記無機金属塩としては、例えば、塩化カルシウム、硝酸カルシウム、塩化バリウム、塩化マグネシウム、塩化亜鉛、塩化アルミニウム、硫酸アルミニウム等の金属塩；及びポリ塩化アルミニウム、ポリ水酸化アルミニウム、多硫化カルシウム等の無機金属塩重合体；などが挙げられる。これらの中でも特に、アルミニウム塩及びその重合体が好適である。また、よりシャープな粒度分布を得るためには、無機金属塩の価数が1価より2価、2価より3価、3価より4価の方が、さらに同じ価数であっても重合タイプの無機金属塩重合体の方がより適している。

40

【0078】

凝集剤の添加量は、凝集する時のイオン濃度により変わるが、概ね混合溶液の固形分(トナー成分)の0.05~1.00質量%の範囲が好ましく、0.10~0.50質量%の範囲がより好ましい。添加量が0.05質量%未満では凝集剤の効果が現れにくく、1.00質量%より多いと、過凝集が生じトナーの凝集粉が多くなり、転写不良起因の画像欠陥が生じる場合がある。

【0079】

50

前述の特性を有する本発明の静電潜像現像用トナーは、詳細には、例えば以下のようにして製造することができる。

少なくとも上記樹脂微粒子、離型剤微粒子、及び着色剤微粒子を、加熱により、あるいは加熱と分散液中のpH制御及び/または凝集剤の添加とにより(少なくとも加熱することにより)凝集せしめた後、pH調整により粒径を安定させ、樹脂微粒子のT_g以上に昇温して融合させるが、そのときの融合温度T_f、融合時間t、及びpHを調節することにより、所望のトナー粒子形状及びトナー表面性を得ることができる。

【0080】

すなわち、前記乳化重合凝集法では、pHでトナー形状を単独で制御し、また融合温度、融合時間でトナー表面性を制御することができるが、後者のトナー表面性については、使用する離型剤の融点により所望の表面性を得るための融合温度、融合時間が異なる。したがって、使用する離型剤の融点により融合温度と融合時間とを調節し、本発明のような特殊な特性を有するトナーを適宜製造する必要がある。

10

【0081】

本発明においては、乳化重合凝集法による種々の離型剤を含むトナーの製造において、特にpHで制御される形状係数SF1と、使用する離型剤の融点T_m、融合温度T_f及び融合時間tとで表される変数Pを、下式(1)で示される範囲内とすることによってより現像性、転写性、クリーニング性、及び製造安定性に対するラチチュードの広いトナーを得ることができるが見出された。

$$245 \leq P \leq 290 \quad \dots \quad (1)$$

20

【0082】

上記式(1)において、Pは $(2.137 \times SF1) - (0.003 \times (T_f - T_m) \times t)$ を示す。なお、上記T_f、T_mの単位は、tの単位は分である。

【0083】

前記Pが290より大きい(すなわち、形状が不定形に近く表面の粗さの均一性が低い)と、現像性、転写性が劣り、トナー消費量の増大、画質の劣化、かぶり等の画質ディフェクトが現れる場合がある。また、Pが245より小さい(すなわち、形状が球状に近く表面の粗さの均一性が高い)と、ブレードクリーニングシステムにおけるクリーニング性が劣り、クリーニング不良による画質ディフェクトが発生する場合がある。

【0084】

具体的に前記Pを式(2)で示される範囲内とするためには、融合時における反応系のpHを4.0~6.5の範囲とすることが好ましく、4.5~6.0の範囲とすることがより好ましい。また、融合温度T_fと離型剤融点T_mとの差(T_f - T_m)は、0~25の範囲とすることが好ましく、5~15の範囲とすることがより好ましい。

30

【0085】

さらに、融合時間tは、前記形状係数SF1やT_f - T_mがどの程度に設定されるかによっても異なるが、30~1200分の範囲とすることが好ましく、60~360分の範囲とすることがより好ましい。

【0086】

前記融合により得られる粒子は、ろ過などの固液分離工程や、必要に応じて洗浄工程、乾燥工程を経てトナー粒子とすることができる。この場合、トナーとして十分な帯電特性、信頼性を確保するために、十分に洗浄することが好ましい。

40

【0087】

例えば、前記洗浄工程では、硝酸、硫酸、塩酸などの酸や、水酸化ナトリウムに代表されるアルカリ溶液で処理し、イオン交換水等で洗浄するとより洗浄効果は絶大となる。また、前記乾燥工程では、通常の振動型流動乾燥法、スプレードライ法、凍結乾燥法、フラッシュジェット法など、任意の方法を採用することができる。トナー粒子は、乾燥後の含水率を2質量%以下、好ましくは1質量%以下に調整することが望ましい。

【0088】

一方、混練粉碎法で本発明の静電潜像現像用トナーを得る場合は、まず、前記乳化凝集

50

合一法で挙げた樹脂、着色剤、離型剤等を、ナウターミキサー、ヘンシェルミキサー等の混合機で混合した後、エクストリューダーのような1軸または2軸の押し出し機にて混練する。これを圧延、冷却した後、I式ミル、KTM、ジェットミルなどで代表される機械式または気流式粉碎機で微粉碎を行い、その後エルボージェット等のコアンダ効果を使用した分級機や、ターボクラッシュファイアーやアキュカットのごとき気流分級機を使用し分級を行う。

【0089】

このとき、トナー表面構造を制御するために、例えばエルボージェットにおいては、原材料供給口のエア圧力を調整することによって、また気流分級機の場合は、ローター回転数及び分級機に入るエアの温度で調整することによって、本発明のトナーを得ることができ、必要に応じて、乳化凝集合一法と同様、無機酸化物等の外添や、更に必要に応じて篩分等を実施したり、粗大粉除去を実施したりしても構わない。

10

【0090】

以上のような製造方法により得られるトナーは、算術平均高さ分布の累積90%の値が0.15~0.25 μ mの範囲であれば所望の特性を得ることができるが、形状も同時に変わってしまうので、前述のように、形状、表面性を独立に制御できる乳化凝集合一法がより好んで使用される。懸濁重合法、溶解懸濁法においても形状、表面性の独立制御性という観点では、乳化重合凝集法に劣り、結果的には画像品質も劣ることになる。

【0091】

前述のように、本発明のトナーのTgは45~60の範囲が好ましく、50~60の範囲がより好ましく、53~60の範囲がさらに好ましい。本願のトナーに必要とされる算術平均高さ分布の累積90%の値は、トナー作製時に発生する熱量に依存する。これは例えば、懸濁重合トナーであればモノマー重合時の粘度効果が、乳化重合凝集法であれば合一時の粘度の効果が各々表面性に与える影響が大きく、該粘度は前記トナーのTgに依存するためである。また、混練粉碎法についても、衝撃により粉碎する工程で粉碎面に微小な熱が発生し、これが表面性に対して効果を有する。

20

【0092】

前記トナーのTgが45未満であれば、算術平均高さ分布の累積90%の値は好ましい範囲に入りやすい反面、トナーとしての粒径維持が困難になりやすい場合があり、60を超えると、算術平均高さ分布の累積90%の値を好ましい範囲にするために、過剰なエネルギーを必要とする場合がある。

30

【0093】

また、本願のトナーは、上記トナーのTgについて説明した理由と同じ理由から、好ましい分子量は重量平均分子量で15000~60000の範囲、より好ましくは20000~50000の範囲、更に好ましくは25000~40000の範囲である。重量平均分子量が15000未満であると、算術平均高さ分布の累積90%の値の中央値は好ましい範囲に入りやすい反面、トナーとしての粒径維持が困難になりやすい場合があり、60000を超えると、算術平均高さ分布の累積90%の値を好ましい範囲にするために、過剰なエネルギーを必要とする場合がある。

【0094】

本発明のトナーの表面には、帯電調整、流動性付与、電荷交換性付与等を目的として、必要に応じてシリカ、チタニア、酸化アルミニウムに代表される無機酸化物を添加付着される。これらは、例えばV型ブレンダーやヘンシェルミキサー、レディゲミキサー等によって行うことができる。また、この際必要に応じて種々の添加剤を添加しても良い。

40

【0095】

これらの添加剤としては、前記以外の他の流動化剤やポリスチレン微粒子、ポリメチルメタクリレート微粒子、ポリフッ化ビニリデン微粒子等のクリーニング助剤もしくは転写助剤等が挙げられる。更に必要に応じ、超音波篩分機、振動篩分機、風力篩分機などを使って、トナーの粗大粒子を取り除いても一向にかまわない。

【0096】

50

また本発明のトナーは、その表面に少なくとも2種以上の金属酸化物粒子を有することが好ましい。これら金属酸化物粒子は、トナーの流動性を向上させ、現像性を向上させる等の目的で添加させる比較的小粒径のものと、転写性を向上させる等の目的で大粒径のものを同時に添加させることにより、より現像性、転写性、クリーニング性を向上させる効果を持っている。したがって、前記金属酸化物粒子としては、粒径の異なる2種類以上のものを外添剤として加えるのが好ましい。

【0097】

前記流動性付与を目的とした金属酸化物粒子の平均粒径は、1次粒子径で1~40nmの範囲であることが好ましく、5~20nmの範囲であることがより好ましい。また転写性向上を目的とした金属酸化物粒子の平均粒径は50~500nmの範囲が好ましい。

10

【0098】

加えて、前記算術平均高さ分布の累積90%の値が0.15~0.25 μ mの範囲であれば、小粒径の金属酸化物粒子が攪拌等により、トナーの凹部分に移行して外添剤の添加効果を損なうことがなく、同時に大粒径の金属酸化物粒子がトナー間、またはトナー、帯電付与部材間の衝撃により発生する脱離を効果的に防止できるため、転写性の低下を制御できる。

【0099】

前記金属酸化物粒子の具体例としては、シリカ、チタニア、酸化亜鉛、酸化ストロンチウム、酸化アルミニウム、酸化カルシウム、酸化マグネシウム、酸化セリウム、またはこれらの複合酸化物等が挙げられる。このうち、シリカ、チタニアが、粒径、粒度分布、製造性の観点から好ましく用いられる。

20

【0100】

これらの金属酸化物粒子のトナーに対する添加量は、特に制限はないが、0.1~10質量%の範囲で好ましく用いられる。より具体的には、0.2~8質量%程度の範囲である。

添加量が0.1質量%未満であると、添加する金属酸化物粒子等の効果が得られにくく、定着画像表面の離型剤の結晶化を阻害できない場合があり、また、10質量%を超えると、脱離する金属酸化物粒子が増加して、感光体に付着するいわゆるフィルミングを生じたり、感光体に傷をつける場合があり好ましくない。

【0101】

これらの金属酸化物粒子は、疎水化等の表面改質を行なう方が帯電性、現像性を安定させる点で好ましい。前記表面改質の手段としては、従来公知の方法を用いることができる。具体的にはシラン、チタネート、アルミネート等の各カップリング処理が挙げられる。

30

【0102】

上記カップリング処理に用いるカップリング剤としては、特に制限はないが、例えばメチルトリメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、メチルフェニルジメトキシシラン、ジフェニルジメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、 γ -クロロプロピルトリメトキシシラン、 γ -ブromoプロピルトリメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -メルカプトプロピルトリメトキシシラン、 γ -ウレイドプロピルトリメトキシシラン、フルオロアルキルトリメトキシシラン、ヘキサメチルジシラザン等のシランカップリング剤；チタネートカップリング剤；アルミネートカップリング剤；等が好適な例として挙げられる。

40

【0103】

また、本発明のトナーの粒子径分布指標としては、体積平均粒度分布指標GSD_vが大きくとも1.30であり、かつ該体積平均粒度分布指標GSD_vと数平均粒度分布指標GSD_pとの比(GSD_p/GSD_v)が0.95以上であることが好ましい。

【0104】

前記体積分布指標GSD_vが1.30以下であれば、微粗粉の両方が少ないことを意味し、現像性、転写性、クリーニング性のいずれをも好ましく維持することができる。また、体積平均粒度分布指標GSD_vと数平均粒度分布指標GSD_pの比(GSD_v/GSD_p)

50

p) が 0.95 未満の場合、トナーの帯電性低下やトナーの飛散、カブリ等のが発生し画像欠陥を招く場合がある。

【0105】

なお、上記体積平均粒度分布指標 GSD_v 、数平均粒度分布指標 GSD_p の値は、次のようにして測定し算出した。まず、コールターカウンター TALL (日科機社製)、マルチサイザー II (日科機社製) 等の測定器を用いて測定されたトナーの粒度分布を分割された粒度範囲 (チャンネル) に対し、個々のトナー粒子の体積および数について小径側から累積分布を描き、累積 16% となる粒径を、体積平均粒子径 D_{16v} 、および、数平均粒子径 D_{16p} と定義し、累積 50% となる粒径を、体積平均粒子径 D_{50v} 、および、数平均粒子径 D_{50p} と定義する。同様に、累積 84% となる粒径を、体積平均粒子径 D_{84v} 、および、数平均粒子径 D_{84p} と定義する。この際、体積平均粒度分布指標 (GSD_v) は、 D_{84v} / D_{16v} として定義され、数平均粒度指標 (GSD_p) は、 D_{84p} / D_{16p} として定義される。これらの関係式を用いて、体積平均粒度分布指標 (GSD_v) および数平均粒度指標 (GSD_p) を算出できる。

【0106】

本発明の静電潜像現像用トナーの表面積は、特に制限はなく、通常のとナーに用いることのできる範囲であれば使用することができる。具体的には、BET法を用いた場合、 $0.5 \sim 10 \text{ m}^2 / \text{g}$ の範囲が好ましく、好ましくは $1.0 \sim 7 \text{ m}^2 / \text{g}$ の範囲、より好ましくは $1.2 \sim 5 \text{ m}^2 / \text{g}$ 程度の範囲である。更には、 $1.2 \sim 3 \text{ m}^2 / \text{g}$ 程度の範囲が好ましい。

【0107】

< 静電潜像現像剤 >

本発明の静電潜像現像剤は、前記本発明の静電潜像現像用トナーを含有する以外は特に制限はなく、目的に応じて適宜の成分組成をとることができる。本発明の静電潜像現像剤は、少なくともトナーを含んでおり、本発明の静電潜像現像用トナーを単独で用いると 1 成分系の静電潜像現像剤となり、また、キャリアと組み合わせて用いると 2 成分系の静電潜像現像剤となる。

【0108】

例えば、キャリアを用いる場合の該キャリアとしては、特に制限はなく、それ自体公知のキャリアが挙げられ、例えば、特開昭 62-39879 号公報、特開昭 56-11461 号公報等に記載された樹脂被覆キャリア等の公知のキャリアが挙げられる。

【0109】

キャリアの具体例としては、以下の樹脂被覆キャリアが挙げられる。該樹脂被覆キャリアの核体粒子としては、通常鉄粉、フェライト、マグネタイト造形物などが挙げられ、その体積平均粒径は $30 \sim 200 \mu\text{m}$ 程度の範囲である。

【0110】

また、上記樹脂被覆キャリアの被覆樹脂としては、例えば、スチレン、パラクロロスチレン、 α -メチルスチレン等のスチレン類；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸 n -プロピル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸 2-エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸 n -プロピル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸 2-エチルヘキシル等の α -メチレン脂肪酸モノカルボン酸類；ジメチルアミノエチルメタクリレート等の含窒素アクリル類；アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類；2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン等のビニルピリジン類；ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類；ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロペニルケトン等のビニルケトン類；エチレン、プロピレン等のオレフィン類；弗化ビニリデン、テトラフルオロエチレン、ヘキサフルオロエチレン等のビニル系フッ素含有モノマー；などの単独重合体、または 2 種類以上のモノマーからなる共重合体、さらに、メチルシリコーン、メチルフェニルシリコーン等を含むシリコーン樹脂類、ビスフェノール、グリコール等を含有するポリエステル類、エポキシ樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエーテル樹脂、ポリカーボネート樹

10

20

30

40

50

脂等が挙げられる。これらの樹脂は、1種単独で用いてもよいし、あるいは2種以上併用してもよい。被覆樹脂の被覆量としては、前記核体粒子100質量部に対して0.1~10質量部程度の範囲が好ましく、0.5~3.0質量部の範囲がより好ましい。

【0111】

樹脂被覆キャリアの製造には、加熱型ニーダー、加熱型ヘンシェルミキサー、UMミキサーなどを使用することができ、前記被覆樹脂の量によっては、加熱型流動転動床、加熱型キルンなどを使用することができる。

【0112】

本発明の静電荷像現像剤が前記2成分系の静電潜像現像剤の場合、該静電潜像現像剤における前記本発明の静電潜像現像用トナーとキャリアとの混合比としては特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができる。

10

【実施例】

【0113】

以下、実施例により本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。なお以下の説明において、特に断りのない限り、「部」はすべて「質量部」を意味する。

【0114】

<各種特性の測定方法>

まず、以下の実施例、比較例で使用するトナー及び現像剤の各特性の測定方法、評価方法について説明する。

20

(トナーの算術平均高さ分布の累積90%の値(滑り度))

トナーの算術平均高さ分布の累積90%の値の測定は、キーエンス社製、超深度カラー3D形状測定顕微鏡VK-9500にて行った。本装置では、試料にレーザーを照射し3次元走査を行う。そして各位置毎のレーザー反射光をCCDカメラでモニターすることにより、試料の3次元表面情報が得られる。得られた表面情報を統計的に処理して表面粗さに関する指数を求めた。

【0115】

本発明においては、レンズ倍率が3000倍の視野で、高さ方向(Z軸方向)のレーザーキャンピッチが0.01 μ mのスキャン条件で、トナー1個の表面を縦横(XY軸平面内)2 μ m四方にわたって3次元測定し、トナー1個のトナーの算術平均高さ分布の累積90%の値を求めた。なお、測定の際には補正としてを0.3とし、ノイズカット解析として、高さの平滑化処理を一度実施して表面粗さを求めた。この操作をトナー1000個にわたり繰り返し測定を行い、データの統計処理を行ってトナーの算術平均高さ分布の累積90%の値を求めた。

30

【0116】

(樹脂微粒子、着色剤粒子、離形剤粒子の体積平均粒径)

樹脂微粒子、着色剤粒子、離形剤粒子の体積平均粒子径は、レーザー回折式粒度分布測定装置(堀場製作所製、LA-700)で測定した。

【0117】

(トナーの体積平均粒径、粒度分布測定方法)

40

本発明におけるトナー体積平均粒径、及び粒径分布指標は、コールターカウンターTA11(ベックマン-コールター社製)を用い、電解液はISOTON-11(ベックマン-コールター社製)を使用して測定した。

【0118】

測定法としては、分散剤として界面活性剤、好ましくはアルキルベンゼンスルホン酸ナトリウムの5%水溶液2ml中に、測定試料を0.5~50mg加え、これを前記電解液100~150ml中に添加した。この測定試料を懸濁させた電解液を超音波分散器で約1分間分散処理を行い、前記コールターカウンターTA-11型により、アパーチャー径が30 μ mのアパーチャーを用いて、粒径が0.6~18 μ mの範囲の粒子の粒度分布を測定した。

50

【0119】

測定された粒度分布を、分割された粒度範囲（チャンネル）に対し、体積、数それぞれについて小径側から累積分布を描き、累積16%となる粒径を、体積平均粒子径 D_{16v} 及び数平均粒子径 D_{16p} と定義し、累積50%となる粒径を、体積平均粒子径 D_{50v} （既述のトナーの体積平均粒径はこれを指す）及び数平均粒子径 D_{50p} と定義する。同様に、累積84%となる粒径を、体積平均粒子径 D_{84v} 及び数平均粒子径 D_{84p} 定義する。これらを用いて、体積平均粒度分布指標（ GSD_v ）は、 D_{84v} / D_{16v} として算出される。

【0120】

（トナー粒子、トナーの形状係数測定方法）

10

トナー形状係数 SF_1 は、スライドガラス上に散布したトナー粒子、またはトナーの光学顕微鏡像を、ビデオカメラを通じてルーゼックス画像解析装置に取り込み、50個以上のトナーの最大長と投影面積を求め、下記式（2）によって計算し、その平均値を求めることにより得られるものである。

$$SF_1 = (ML^2 / A) \times (\quad / 4) \times 100 \quad \dots \quad \text{式(2)}$$

上記式（2）中、 ML はトナー粒子の絶対最大長、 A はトナー粒子の投影面積を各々示す。

【0121】

（トナー、樹脂微粒子の分子量、分子量分布測定方法）

20

本発明の静電潜像現像用トナー及び樹脂微粒子の分子量及び分子量分布は、ゲルパーミアクションクロマトグラフィ（GPC）を用いて測定した。GPCは、HLC-8120 GPC、SC-8020（東ソー（株）社製）を用い、カラムは、TSK gel、SuperHM-H（東ソー（株）社製、6.0mm ID × 15cm）を2本用い、溶離液としてTHF（テトラヒドロフラン）を用いた。実験条件としては、試料濃度を0.5質量%、流速を0.6ml/min、サンプル注入量を10 μ l、測定温度を40とし、IR検出器を用いて実験を行った。また、検量線は東ソー社製「polystyrene標準試料TSK standard」：「A-500」、「F-1」、「F-10」、「F-80」、「F-380」、「A-2500」、「F-4」、「F-40」、「F-128」、「F-700」の10サンプルから作製した。

【0122】

30

（トナー、樹脂微粒子のガラス転移点、離型剤の融点）

トナー、樹脂微粒子のガラス転移点及び離型剤の融点は、示差走査熱量計（島津製作所社製：DSC-50）を用い、昇温速度3 /分の条件下で測定することにより求めた。なお、ガラス転移点は吸熱部におけるベースラインと立ち上がりラインとの延長線の交点の温度とし、融点は吸熱ピークの頂点の温度とした。

【0123】

（トナーの表面積）

トナーの表面積は（BET表面積）は、比表面積・細孔分布測定装置（コールターSA3100型、ベックマン・コールター社製）により測定した。

【0124】

40

<各分散液の調製>

まず、トナー粒子の作製に用いる各分散液を以下のように調製した。

（樹脂微粒子分散液Aの調製）

- ・ スチレン（和光純薬社製） 330部
- ・ n-ブチルアクリレート（和光純薬社製） 80部
- ・ -カルボキシエチルアクリレート（ローディア日華社製） 9部
- ・ 1,10-デカンジオールジアクリレート（新中村化学社製） 1.5部
- ・ ドデカンチオール（和光純薬社製） 3.0部

【0125】

上記各成分を混合溶解したものを、アニオン性界面活性剤ダウファックス（ダウケミカ

50

ル社製) 4部をイオン交換水550部に溶解したものに投入し、フラスコ中で分散、乳化し、10分間ゆっくりと攪拌、混合しながら、過硫酸アンモニウム6部を溶解したイオン交換水50部を投入した。

【0126】

次いで、十分に系内の窒素置換を十分に行った後、フラスコを攪拌しながらオイルバスで系内が70℃になるまで加熱し、5時間そのまま乳化重合を継続した。

これにより、体積平均粒径が180nm、ガラス転移点が53℃、重量平均分子量Mwが33000の樹脂微粒子が分散したアニオン性樹脂微粒子分散液A(固形分量:43質量%)を得た。

【0127】

(樹脂微粒子分散液Bの調製)

- ・スチレン(和光純薬社製) 330部
- ・n-ブチルアクリレート(和光純薬社製) 70部
- ・アクリル酸(和光純薬社製) 9部
- ・1,10-デカンジオールジアクリレート(新中村化学社製) 2部
- ・ドデカンチオール(和光純薬社製) 3部

【0128】

上記各成分を混合した溶液と、非イオン性界面活性剤(三洋化成社製、ノニポール400)6部、及びアニオン性界面活性剤(第一製薬社製、ネオゲンR)10部をイオン交換水550部に溶解した溶液とを、フラスコに入れて分散させ乳化させ、10分間ゆっくりと攪拌、混合しながら、過硫酸アンモニウム4部を溶解したイオン交換水50部を投入した。その後、フラスコ内を窒素で十分に置換を行った後、攪拌しながらオイルバスに移して系内の温度が75℃になるまで加熱し、5時間そのまま重合を行った。

【0129】

これにより、体積平均粒径が200nm、ガラス転移点が55℃、Mwが28000の樹脂微粒子が分散した樹脂微粒子分散液B(固形分量:44質量%)を得た。

【0130】

(着色剤粒子分散液Aの調製)

- ・カーボンブラック(R330、キャボット社製) 50部
- ・イオン性界面活性剤(第一工業製薬社製、ネオゲンRK) 4部
- ・イオン交換水 250部

【0131】

以上を混合溶解し、ホモジナイザー(IKA製ウルトラタラックスT50)により10分間分散し、次いで超音波分散機を用いて、28kHzの超音波を10分間照射し、体積平均粒径が150nmの着色剤粒子が分散した着色剤粒子分散液Aを得た。

【0132】

(着色剤粒子分散液Bの調製)

- ・銅フタロシアニン顔料(BASF社製) 50部
- ・イオン性界面活性剤(第一工業製薬社製、ネオゲンSC) 8部
- ・イオン交換水 250部

【0133】

以上を混合溶解し、ホモジナイザー(IKA製ウルトラタラックスT50)により10分間分散し、次いで超音波分散機で20分間照射し、体積平均粒径が180nmの着色剤粒子が分散した着色剤粒子分散液Bを得た。

【0134】

(離型剤粒子分散液Aの調製)

- ・ポリエチレンワックス(融点:88℃、東洋ペトロライト社製、PW500) 50部
- ・イオン性界面活性剤(第一工業製薬社製、ネオゲンRK) 5部
- ・イオン交換水 200部

【0135】

10

20

30

40

50

上記各成分を混合し95 に加熱して、I K A製ウルトラタラックスT50にて十分に分散後、圧力吐出型ゴーリンホモジナイザーで分散処理し、体積平均粒径が250nmの離型剤粒子が分散した離型剤粒子分散液A（固形分量：25質量%）を得た。

【0136】

（離型剤粒子分散液Bの調製）

離型剤粒子分散液Aの調製において、ポリエチレンワックス（PW500）の代わりに、パラフィンワックス（融点：90.2、日本精蠟社製、FNP0090）を用いた以外は、離型剤粒子分散液Aの調製と全く同様の操作をし、体積平均粒径が210nmの離型剤粒子が分散した離型剤粒子分散液Bを得た。

【0137】

（離型剤粒子分散液Cの調製）

離型剤粒子分散液Aの調製において、ポリエチレンワックス（PW500）の代わりに、パラフィンワックス（融点：75、日本精蠟社製、HNP09）を用いた以外は、離型剤粒子分散液Aの調製と全く同様の操作をし、体積平均粒径が200nmの離型剤粒子が分散した離型剤粒子分散液Cを得た。

【0138】

（離型剤粒子分散液Dの調製）

離型剤粒子分散液Aの調製において、ポリエチレンワックス（PW500）の代わりに、パラフィンワックス（融点：113、日本精蠟社製、FNP0115）を用いた以外は、離型剤粒子分散液Aの調製と全く同様の操作をし、体積平均粒径が250nmの離型剤粒子が分散した離型剤粒子分散液Dを得た。

【0139】

（離型剤粒子分散液Eの調製）

離型剤粒子分散液Aの調製において、ポリエチレンワックス（PW500）の代わりに、ポリプロピレンワックス（融点：113、クラリアント社製、H10254）を用いた以外は、離型剤粒子分散液Aの調製と全く同様の操作をし、体積平均粒径が250nmの離型剤粒子が分散した離型剤粒子分散液Eを得た。

【0140】

<実施例1>

（トナー粒子Aの作製）

- | | |
|-------------|------|
| ・樹脂微粒子分散液A | 80部 |
| ・着色剤粒子分散液A | 30部 |
| ・離型剤粒子分散液B | 30部 |
| ・ポリ塩化アルミニウム | 0.4部 |

【0141】

以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、I K A製ウルトラタラックスT50で十分に混合・分散した。次いで、これにポリ塩化アルミニウム0.6部を加え、ウルトラタラックスT50で分散操作を継続した。その後、加熱用オイルバスで攪拌しながらフラスコを50 まで加熱した。50 で60分間保持した後、ここに樹脂微粒子分散液Aを緩やかに40部を追加した。

【0142】

その後、0.5モル/Lの水酸化ナトリウム水溶液で系内のpHを5.5にした後、ステンレス製フラスコを密閉し、磁力シールを用いて攪拌を継続しながら95 まで加熱し、5時間保持した。保持中に、0.5モル/Lの水酸化ナトリウムまたは0.5モル/Lの硝酸を用いて、形状係数SF1を132に調整した。

【0143】

反応終了後、冷却し、濾過、イオン交換水で十分に洗浄した後、ヌッチェ式吸引ろ過により固液分離を施した。これを更に40 のイオン交換水3Lに再分散させ、300rpmで15分間攪拌、洗浄した。これを更に5回繰り返す、濾液のpHが6.6、電気伝導度が12μS/cmとなったところで、ヌッチェ式吸引ろ過によりNo.5Aのろ紙を用

10

20

30

40

50

いて固液分離を行った。次いで、真空乾燥を12時間継続した。

【0144】

得られたトナー粒子Aの粒子径をコールターカウンターにて測定したところ、体積平均径 D_{50v} は $6.6\mu\text{m}$ であった。また、体積平均粒度分布指標 GSD_v は1.21であった。

【0145】

(トナーA、現像剤Aの作製)

上記のように得られたトナー粒子Aに対して、外添剤として平均粒径 30nm のイソブチルトリメトキシシラン処理されたチタニアをトナー粒子100部に対して0.8部、及び平均粒径 50nm のヘキサメチルジシラザン処理されたシリカを1.5部添加し、5Lヘンシェルミキサー(三井三池加工機(株)製)にて10分間混合し、更にジャイロシフター(網目開き: $45\mu\text{m}$)にて篩分し、トナーAを得た。

【0146】

得られたトナーA 7部に対し、体積平均粒径が $50\mu\text{m}$ のフェライトコアに、0.8質量%にあたるシリコーン樹脂(東レ-ダウコーニングシリコーン社製、SR2411)をニーダー装置を用いコーティングし得られたキャリア93部を混合し、V型ブレンダーにて混合し、現像剤Aを得た。

【0147】

<実施例2>

(トナー粒子Bの作製)

- ・樹脂微粒子分散液B 80部
- ・着色剤粒子分散液B 30部
- ・離型剤粒子分散液B 30部

【0148】

以上を丸型ステンレス製フラスコ中に收容させ、攪拌しながら20に調整した。その後、0.5モル/Lの水酸化ナトリウム水溶液で系内のpHを5にした後、加熱用オイルバスでウルトラタラックスT50で攪拌しながら48まで昇温し、粒子の体積平均粒子径が $4\mu\text{m}$ となった分散を終了した。次いで、樹脂微粒子分散液Bを40部追加し、さらに系内のpHを2に調整した。

【0149】

その後、攪拌のみで2時間粒子成長させ、粒子の体積平均粒径が $6.6\mu\text{m}$ となったところで系内のpHを6に調整した。次いで、98まで再昇温した後、5時間保持した。保持中に、0.5モル/Lの水酸化ナトリウムまたは0.5モル/Lの硝酸を用いて、形状係数SF1を130に調整した。

【0150】

反応終了後、冷却し、濾過、イオン交換水で十分に洗浄した後、ヌッチェ式吸引ろ過により固液分離を施した。これを更に40のイオン交換水3Lに再分散させ、300rpmで15分間攪拌、洗浄した。これを更に5回繰り返す、濾液のpHが6.6、電気伝導度が $12\mu\text{S}/\text{cm}$ となったところで、ヌッチェ式吸引ろ過によりNo.5Aのろ紙を用いて固液分離を行った。次いで、真空乾燥を12時間継続した。

【0151】

得られたトナー粒子Bの粒子径をコールターカウンターにて測定したところ、体積平均径 D_{50v} は $6.7\mu\text{m}$ であった。また、体積平均粒度分布指標 GSD_v は1.26であった。

【0152】

(トナーB、現像剤Bの作製)

得られたトナー粒子Bに対して、実施例1と同様にしてトナーB、及び現像剤Bを作製した。

【0153】

<実施例3>

10

20

30

40

50

(トナー粒子Cの作製)

実施例1のトナー粒子Aの作製において、離型剤粒子分散液Bを離型剤粒子分散液Aに代え、融合温度を98、融合時間を5.5時間に代えた以外はトナー粒子A作製と全く同様にして、形状係数SF1が140、体積平均粒径D50vが6.5μm、GSDvが1.22のトナー粒子Cを得た。

【0154】

(トナーC、現像剤Cの作製)

得られたトナー粒子Cに対して、実施例1と同様にしてトナーC、及び現像剤Cを作製した。

【0155】

<実施例4>

(トナー粒子Dの作製)

実施例1のトナー粒子Aの作製において、離型剤粒子分散液Bを離型剤粒子分散液Cに代え、融合時間を6時間に代えた以外はトナー粒子Aの作製と全く同様にして、形状係数SF1が125、体積平均粒径D50vが6.6μm、GSDvが1.20のトナー粒子Dを得た。

【0156】

(トナーD、現像剤Dの作製)

得られたトナー粒子Dに対して、実施例1と同様にしてトナーD、及び現像剤Dを作製した。

【0157】

<実施例5>

(トナー粒子Eの作製)

実施例2のトナー粒子Bの作製において、離型剤粒子分散液Bを離型剤粒子分散液Dに、丸型ステンレスフラスコをステンレス製耐圧容器に、再昇温温度を98から120に、また融合時間を4時間に代えた以外は、トナー粒子Bの作製と全く同様にして、形状係数SF1が130、体積平均粒径が6.7μm、GSDvが1.27のトナー粒子Eを得た。

【0158】

(トナーE、現像剤Eの作製)

得られたトナー粒子Eに対して、実施例1と同様にしてトナーE、及び現像剤Eを作製した。

【0159】

<実施例6>

(トナー粒子Fの作製)

実施例5のトナー粒子Eの作製において、離型剤粒子分散液Dを離型剤粒子分散液Eに代え、融合時間を15時間に代えた以外はトナー粒子Eの作製と全く同様にして、形状係数SF1が130、体積平均粒径D50vが6.8μm、GSDvが1.27のトナー粒子Fを得た。

【0160】

(トナーF、現像剤Fの作製)

得られたトナー粒子Fに対して、実施例1と同様にしてトナーF、及び現像剤Fを作製した。

【0161】

<比較例1>

(トナー粒子Gの作製)

実施例1のトナー粒子Aの作製において、丸型ステンレス製フラスコをステンレス製耐圧容器に、融合時間を8時間に代えた以外はトナー粒子A作製と全く同様にして、形状係数SF1が130、体積平均粒径D50vが6.4μm、GSDvが1.21のトナー粒子Gを得た。

10

20

30

40

50

【0162】

(トナー G、現像剤 G の作製)

得られたトナー粒子 G に対して、実施例 1 と同様にしてトナー G、及び現像剤 G を作製した。

【0163】

< 比較例 2 >

(トナー粒子 H の作製)

実施例 3 のトナー粒子 C の作製において、融合時間を 10 時間に代えた以外はトナー粒子 C 作製と全く同様にして、形状係数 S F 1 が 1.25、体積平均粒径 D 50 v が 6.8 μ m、G S D v が 1.21 のトナー粒子 H を得た。

10

【0164】

(トナー H、現像剤 H の作製)

得られたトナー粒子 H に対して、実施例 1 と同様にしてトナー H、及び現像剤 H を作製した。

【0165】

< 比較例 3 >

(トナー粒子 I の作製)

実施例 3 のトナー粒子 C の作製において、融合温度を 92 に代えた以外はトナー粒子 C 作製と全く同様にして、形状係数 S F 1 が 1.40、体積平均粒径 D 50 v が 6.5 μ m、G S D v が 1.20 のトナー粒子 I を得た。

20

【0166】

(トナー I、現像剤 I の作製)

得られたトナー粒子 I に対して、実施例 1 と同様にしてトナー I、及び現像剤 I を作製した。

【0167】

< 比較例 4 >

(トナー粒子 J の作製)

実施例 1 のトナー粒子 A の作製において、離型剤粒子分散液 B を離型剤粒子分散液 E に代えた以外はトナー粒子 A の作製と全く同様にして、形状係数 S F 1 が 1.35、体積平均粒径 D 50 v が 7 μ m、G S D v が 1.23 のトナー粒子 J を得た。

30

【0168】

(トナー J、現像剤 J の作製)

得られたトナー粒子 J に対して、実施例 1 と同様にしてトナー J、及び現像剤 J を作製した。

【0169】

< 比較例 5 >

(トナー粒子 K の作製)

実施例 2 のトナー粒子 B の作製において、離型剤粒子分散液 B を離型剤粒子分散液 D に代えた以外はトナー粒子 B の作製と全く同様にして、形状係数 S F 1 が 1.40、体積平均粒径 D 50 v が 6.2 μ m、G S D v が 1.26 のトナー粒子 K を得た。

40

【0170】

(トナー K、現像剤 K の作製)

得られたトナー粒子 K に対して、実施例 1 と同様にしてトナー K、及び現像剤 K を作製した。

【0171】

< 比較例 6 >

実施例 1 のトナー粒子 A の作製において、融合時の形状制御で形状係数 S F 1 を 1.50 にした以外はトナー粒子 A の作製と全く同様にして、体積平均粒径 D 50 v が 7.5 μ m、G S D v が 1.20 のトナー粒子 L を得た。

【0172】

50

(トナー L、現像剤 L の作製)

得られたトナー粒子 L に対して、実施例 1 と同様にしてトナー L、及び現像剤 L を作製した。

【0173】

<比較例 7>

(トナー粒子 M の作製)

実施例 2 のトナー粒子 B の作製において、融合時の形状制御で形状係数 S F 1 を 1 2 0 にした以外はトナー粒子 B の作製と全く同様にして、体積平均粒径 D 5 0 v が 5 . 3 μ m、G S D v が 1 . 2 6 のトナー粒子 M を得た。

【0174】

(トナー M、現像剤 M の作製)

得られたトナー粒子 M に対して、実施例 1 と同様にしてトナー M、及び現像剤 M を作製した。

【0175】

<比較例 8>

(トナー粒子 N の作製)

- ・結着樹脂 (スチレン - アクリル共重合体、共重合比 : 8 0 / 2 0、重量平均分子量 : 1 0 5 0 0 0、T g : 6 5) 4 3 部
- ・マグネタイト (六面体、体積平均粒径 : 0 . 1 0 μ m) 5 0 部
- ・帯電制御剤 (ボントロン E 8 4、オリエン化学工業社製) 2 部
- ・パラフィンワックス (融点 : 8 5、日本精錬社製、F N P 0 0 8 5) 5 部

【0176】

上記各材料をヘンシェルミキサーで混合した後、東芝機械社製連続混練機 (エクストルーダー T E M 5 0) にて、設定温度を 1 4 0、スクリュウ回転数を 3 0 0 r p m、供給スピードを 1 0 0 k g / h で溶融混練した。その後、ジェットミル (4 0 0 A F G と粗粉分級機 2 0 0 A T P、共にホソカワミクロン社製) にて微粉碎し、さらにこの粉碎物を風力分級機 (T C 4 0、日清エンジニアリング社製) にて分級して (吸気温度 : 2 5)、トナー粒子 N を得た。

【0177】

このトナー粒子 N の形状係数 S F 1 は 1 4 2、体積平均粒径は 7 . 6 μ m、G S D v が 1 . 2 7 であった。

【0178】

<実施例 7>

(トナー粒子 O の作製)

比較例 8 のトナー粒子 N の作製において、分級時の吸気温度を 5 0 にした以外は、トナー粒子 N の製造と全く同様にして、トナー粒子 O を得た。

【0179】

このトナー粒子 O の形状係数 S F は 1 3 8、体積平均粒径は 7 . 6 μ m、G S D v は 1 . 2 7 であった。

【0180】

<比較例 9>

(トナー粒子 P の作製)

実施例 7 のトナー粒子 O の作製において、パラフィンワックス (F N P 0 0 8 5) をポリエチレンワックス (P W 1 0 0 0、融点 : 1 1 3、東洋ペトロライト社製) に代えた以外はトナー粒子 O の作製と全く同様にして、トナー粒子 P を得た。

【0181】

このトナー粒子 P の形状係数 S F 1 は 1 3 8、体積平均粒径は 8 . 0 μ m、G S D v は 1 . 2 7 であった。

【0182】

<トナー、現像剤の実機特性評価>

10

20

30

40

50

(定着性)

作製した現像剤 A ~ M を用いて、定着装置を取り外した A - C o l o r 9 3 5 改造機により未定着画像を作成し、プロセススピード可変の D o c u c c o l o r 5 0 0 改造定着器を用いて、プロセススピード 9 0 m m / s e c 及びプロセススピード 4 6 0 m m / s e c にて定着テストを実施し、以下の判断基準で評価を行った。

【 0 1 8 3 】

- 最低定着温度 (M F T) -

: 1 4 0 未満である。

○ : 1 4 0 ~ 1 6 0 の範囲である。

: 1 6 0 ~ 1 8 0 の範囲である。

× : 1 8 0 を超える。

10

【 0 1 8 4 】

- 高温オフセット発生温度 (H O T) -

: 2 5 0 を超える。

○ : 2 3 0 ~ 2 5 0 の範囲である。

: 2 1 0 ~ 2 3 0 の範囲である。

× : 2 1 0 未満である。

【 0 1 8 5 】

(クリーニング性)

作製した現像剤 A ~ M を用いて、プロセススピード可変の D o c u c c o l o r 5 0 0 改造クリーニングベンチ (転写装置の脱着が可能に改造) を用いて、プロセススピード 1 0 0 m m / s e c 及び 4 5 0 m m / s e c にて未転写画像のクリーニングテストを実施し、以下の判断基準により評価した。

20

【 0 1 8 6 】

: 未転写高帯電量トナーでもクリーニングが可能。

○ : 転写残トナーのクリーニング性が良好。

: やや筋状あるが画質上問題なし。

× : 画質上問題あり。

【 0 1 8 7 】

(維持性)

作製した現像剤 A ~ M を用いて、D o c u c c o l o r 5 0 0 改造機を用いて、2 0 % 、5 0 % R H の環境下、1 0 万枚の画質維持性テストを行った。評価は 1 0 万枚後の画質、かぶり、黒筋、帯電維持性について、以下の判断基準により行った。

30

【 0 1 8 8 】

- 画質 -

: 細線再現性が忠実で申し分ない。

○ : 細線再現性に優れる。

: 細線再現性に劣るが問題なし

× : 再現性悪く問題あり。

【 0 1 8 9 】

- かぶり -

: 感光体上にかぶりなし。

○ : 感光体上にかぶり若干あり。

: 感光体状にかぶりあるが、転写用紙上にかぶりなし。

× : 転写用紙上にかぶり発生。

40

【 0 1 9 0 】

- 黒筋 -

: 発生なし

○ : 感光体上に若干あるが問題なし。

: 感光体上にあるが、転写用紙上になし。

50

×：転写用紙上に発生。

【0191】

- 帯電維持性 -

$TP = (10 \text{万枚後の帯電量} \times 10 \text{万枚後のトナー濃度}) / (\text{初期帯電量} \times \text{初期トナー濃度})$ としたとき、以下の基準で判断した。なお、トナー帯電量は、スリーブ上のトナーを採取し、ブローオフ法（測定器：TB200、東芝ケミカル社製）により測定した。

： TPが0.8～1.2の範囲。

○： TPが0.65～0.8の範囲。

： TPが0.5～0.65の範囲。

×： TPが0.5未満。

10

【0192】

以上の評価結果を、トナー粒子A～Mの各特性と共に、表1、2にまとめて示す。

【0193】

【表 1】

	トナー	離型剤粒子分散液	T _m (°C)	T _f (°C)	t (分)	D50 (μm)	S F 1	G S D v	算術平均高さ分 布の累積90%値 (μm)	P
実施例 1	A	B	90	95	300	6.6	132	1.21	0.20	278
実施例 2	B	B	90	98	480	6.7	130	1.25	0.18	266
実施例 3	C	A	88	98	330	6.5	140	1.22	0.25	289
実施例 4	D	C	75	95	360	6.6	125	1.20	0.15	245
実施例 5	E	D	113	120	240	6.7	138	1.26	0.22	290
実施例 6	F	E	113	120	900	6.8	130	1.27	0.17	259
比較例 1	G	B	90	120	480	6.4	130	1.21	0.11	235
比較例 2	H	C	75	95	600	6.8	125	1.21	0.10	231
比較例 3	I	A	88	92	300	6.5	140	1.20	0.27	296
比較例 4	J	E	113	95	300	7.0	135	1.23	0.28	305
比較例 5	K	D	113	98	480	6.2	140	1.26	0.30	321
比較例 6	L	B	90	95	300	7.5	150	1.20	0.26	305
比較例 7	M	B	90	98	480	5.3	120	1.26	0.15	240

【 0 1 9 4 】

10

20

30

40

【表 2】

	クリーニング性		定着性 100mm/sec		定着性 450mm/sec		維持性 (10万枚後)				総合 評価	
	100mm/sec	450mm/sec	MFT	HOT	MFT	HOT	画質	かぶり	黒筋	帯電維持性		
実施例 1	◎	◎	◎	◎	○	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例 2	◎	○	◎	◎	○	◎	○	△	◎	◎	△	○
実施例 3	◎	◎	◎	○	○	○	○	○	○	○	○	○
実施例 4	○	◎	◎	○	○	○	◎	○	○	○	◎	○
実施例 5	◎	◎	○	△	○	○	○	△	○	○	△	○
実施例 6	◎	◎	◎	△	○	○	◎	△	○	○	△	○
比較例 1	△	×	◎	◎	○	◎	◎	○	×	×	○	×
比較例 2	×	×	○	○	○	○	○	○	×	×	◎	×
比較例 3	◎	◎	○	○	△	○	△	×	◎	△	△	×
比較例 4	○	○	△	×	△	×	△	×	○	△	×	×
比較例 5	◎	◎	○	△	○	×	△	×	◎	×	○	×
比較例 6	◎	◎	○	◎	○	○	○	×	◎	◎	○	×
比較例 7	△	×	◎	◎	○	◎	◎	×	×	×	×	×

10

20

30

40

50

【0195】

また、前記トナー N、O、P に関しては、図 1 に示す画像形成装置に現像剤として使用し、初期の定着特性、クリーニング特性、及び 2 万枚後の維持性の評価を行った。

【0196】

図 1 に示す画像形成装置は、感光体（潜像保持体）1 として SUS を基体とする外径 15 mm の円筒状有機感光体を、トナー担持体 3 としては、内部に 720 G のマグネットを入れた外径 10 mm のアルミ製現像ロールを使用し、シリコンゴム製の層形成ブレード 4 は、現像ロール 3 に 30 g/cm の線圧で当接させてトナーの薄層を形成する構成とな

っている。感光体 1 と現像ロール 3 とは、 $250\ \mu\text{m}$ の間隙となるように配置した。また、感光体 1 はローラ帯電器 2 で $-350\ \text{V}$ に帯電させた後、レーザー光で露光し静電潜像を形成し、現像ロール 3 に周波数 $2.1\ \text{kHz}$ 、 $V_{pp} 2.2\ \text{kV}$ の交流電圧と、 $-250\ \text{V}$ の直流電圧とを掛けて静電潜像を現像するようにした。また、感光体 1 の周速は $90\ \text{mm/sec}$ 、現像ロール 3 の周速は $100\ \text{mm/sec}$ とし、トナーの転写はローラ転写器 5 を用い、クリーニングはブレード式クリーナー 6 を用いた。

なお、併せて感光体 1 の周速を $200\ \text{mm/sec}$ 、現像ロール 3 の周速を $220\ \text{mm/sec}$ として、濃度調整後、定着特性、クリーニング特性の評価も行った。

【0197】

各評価における評価基準は、以下を除いて前記 2 成分系での評価基準と同様である。

10

(定着性)

- 高温オフセット発生温度 (HOT) -

: 250 を超える。

○: $225 \sim 250$ の範囲である。

: $200 \sim 225$ の範囲である。

×: 200 未満である。

【0198】

- 帯電維持性 -

$V = 2$ 万枚後の帯電量 / 初期帯電量としたとき、以下の基準で判断した。なお、トナー帯電量は、吸引式ノズルにより現像ロール 3 上のトナーをファラデーケージ内に吸引することにより測定した。

20

: V が $0.8 \sim 1.2$ の範囲。

○: V が $0.65 \sim 0.8$ の範囲。

: V が $0.5 \sim 0.65$ の範囲。

×: V が 0.5 未満。

得られた評価結果を、トナー N、O、P の特性と共に表 3 に示す。

【0199】

【表 3】

	トナー	離型剤	T _m (°C)	D50 (μm)	S F 1	G S D _v	算術平均 高さ分布 の累積90% 値 (μm)	クリーニング性		定着性 90mm/sec		定着性 200mm/sec		維持性 (10万枚後)				総合 評価	
								90 mm/sec	200 mm/sec	MFT	HOT	MFT	HOT	画質	かぶり	黒筋	帯電維 持性		
実施例 7	0	FNP0085	85	7.6	138	1.27	0.23	◎	○	◎	◎	○	◎	○	◎	○	○	○	○
比較例 8	N	FNP0085	85	7.6	142	1.27	0.29	△	×	◎	◎	○	◎	×	△	×	△	×	×
比較例 9	P	PW1000	113	8.0	138	1.27	0.29	△	×	○	×	×	△	△	○	×	○	×	×

10

20

30

40

【図面の簡単な説明】

50

【 0 2 0 0 】

【 図 1 】 本発明の静電潜像現像剤の評価に用いた画像形成装置の概略図である。

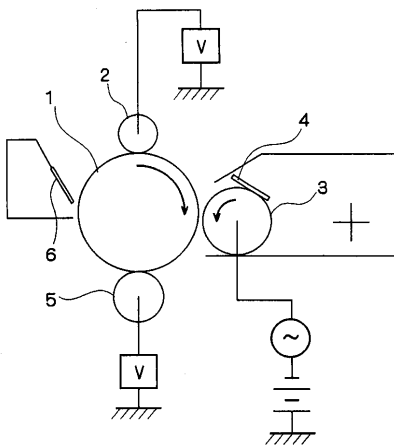
【 符号の説明 】

【 0 2 0 1 】

- 1 感光体
- 2 帯電ロール
- 3 現像ロール
- 4 現像ブレード
- 5 転写ロール
- 6 クリーニングブレード

10

【 図 1 】



フロントページの続き

- (72)発明者 杉崎 裕
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 富田 和史
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 佐藤 修二
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 松本 晃
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 鶴見 洋介
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 二宮 正伸
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 石山 孝雄
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- Fターム(参考) 2H005 AA06 AA15 AB03 CA14 EA03 EA05 EA10