

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5925060号
(P5925060)

(45) 発行日 平成28年5月25日(2016.5.25)

(24) 登録日 平成28年4月28日(2016.4.28)

(51) Int.Cl.

G03G 9/087 (2006.01)

F 1

G 03 G 9/08 3 8 1

請求項の数 8 (全 24 頁)

(21) 出願番号 特願2012-133571 (P2012-133571)
 (22) 出願日 平成24年6月13日 (2012.6.13)
 (65) 公開番号 特開2013-20246 (P2013-20246A)
 (43) 公開日 平成25年1月31日 (2013.1.31)
 審査請求日 平成27年6月11日 (2015.6.11)
 (31) 優先権主張番号 特願2011-130923 (P2011-130923)
 (32) 優先日 平成23年6月13日 (2011.6.13)
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(73) 特許権者 000001007
 キヤノン株式会社
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号
 (74) 代理人 100096828
 弁理士 渡辺 敏介
 (74) 代理人 100110870
 弁理士 山口 芳広
 (72) 発明者 皆川 浩範
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キ
 ャノン株式会社内
 (72) 発明者 溝尾 祐一
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キ
 ャノン株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】粉体粒子の熱処理装置及びトナーの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

結着樹脂及び着色剤を含有する粉体粒子を熱処理するための粉体粒子の熱処理装置であつて、

該熱処理装置が、

(1) 内部で該粉体粒子の熱処理が行われる円筒形状の処理室と、
 (2) 該処理室の中心軸上に、該処理室の下端部から上端部に向けて突出するように配置されている、断面が略円形状である柱状部材と、
 (3) 該柱状部材の外周面に設けられた複数の粉体粒子供給口によって構成されている、
 該処理室の内部に該粉体粒子を吐出し、供給するための粉体粒子供給手段と、
 (4) 該処理室の内部に供給された該粉体粒子を熱処理するための熱風を供給するための熱風供給手段と、

(5) 該処理室の下端部側に設けられている粉体粒子排出口から、該処理室の内部で熱処理された該粉体粒子を該処理室の外に排出し、回収するための回収手段と、
 を有し、

該熱風供給手段が、該熱風が該処理室の内周面に沿って回転しながら該処理室の内部に供給されるように設けられており、

該粉体粒子排出口が、該処理室の内部において回転する該粉体粒子の回転を維持するように、該処理室の外周部に設けられていることを特徴とする粉体粒子の熱処理装置。

【請求項 2】

前記粉体粒子排出口よりも上流側に、前記処理室の内部に冷風を供給するための冷風供給手段が設けられている請求項 1 に記載の粉体粒子の熱処理装置。

【請求項 3】

前記冷風供給手段が、前記処理室の内部への冷風を供給する方向と、前記処理室の内部における前記粉体粒子の回転方向と、が同方向となるように設けられている請求項 2 に記載の粉体粒子の熱処理装置。

【請求項 4】

前記粉体粒子供給手段が、前記処理室の内部への熱風を供給する方向と、前記粉体粒子供給口から前記処理室の内部に吐出される前記粉体粒子の方向と、が同方向となるように設けられており、かつ、下流側に向けられるように設けられている請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の粉体粒子の熱処理装置。

10

【請求項 5】

前記熱風供給手段が、前記処理室の外周部から、前記熱処理装置の水平面の接線方向に熱風が供給されるように設けられており、

前記粉体粒子の熱処理装置が、前記熱風供給手段を複数有する
請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の粉体粒子の熱処理装置。

【請求項 6】

前記粉体粒子が、粉碎法で得られた粉体粒子である請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の粉体粒子の熱処理装置。

20

【請求項 7】

請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の熱処理装置を用いて、結着樹脂及び着色剤を含有する粉体粒子を熱処理し、トナーを得ることを特徴とするトナーの製造方法。

【請求項 8】

前記粉体粒子が、粉碎法で得られた粉体粒子である請求項 7 に記載のトナーの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、電子写真法、静電記録法、静電印刷法、又はトナージェット方式記録法の如き画像形成方法に用いられるトナーを得るための粉体粒子の熱処理装置及びその装置を用いるトナーの製造方法に関する。

30

【背景技術】

【0002】

適度な円形度のトナーを得るために、粉体粒子に熱処理を施して、トナーの形状を適度に球形化するための装置が提案されている。しかしながら、従来の熱処理装置では、粉体粒子が通過する位置によって受ける熱量にバラツキがあるため、粉体粒子の均一な熱処理を行うことが困難であった。

【0003】

そこで、上記不具合を解消するために、粉体粒子供給部を装置中央に設け、その外側に熱風供給部を設けた構成の熱処理装置が提案されている（特許文献 1、3 参照）。また、トナー粒子の熱処理を均一に行うために、装置内の気流を回転させて熱処理を行う熱処理装置も提案されている（特許文献 2 参照）。

40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献 1】特開 2004-189845 号公報

【特許文献 2】特公平 3-52858 号公報

【特許文献 3】特開 2004-276016 号公報

【発明の概要】

50

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかし、特許文献1に記載の熱処理装置は、原料噴射ノズルを複数設ける必要があり、装置が大型化してしまう。また、粉体粒子供給のために圧縮気体をより多く必要とするため、製造エネルギーの面でも好ましくない。加えて円環状の熱風に対して直線的な噴射を行うために処理部分にロスが生じ、処理量を上げていくには非効率である。

【0006】

また、特許文献2に記載の熱処理装置について本発明者らが検討したところ、トナーの分散が十分に行われず、トナーの合一による粗大粒子の増加が確認された。また、処理量を上げた際には、トナーへの熱処理効率が急激に低下し、熱処理されたトナーと未処理のトナーが混在していた。これは、圧縮空気の供給部の中に、粉体粒子の投入部が設置されており、粉体粒子が装置内であまり分散しないため、狭い範囲で瞬間的な熱処理が行われることが理由であると考えられる。

【0007】

また、特許文献3に記載の熱処理装置は、装置内の部材が熱を受けて蓄熱すると、蓄熱した部材にトナーが融着し、安定生産ができず、トナー生産性上好ましくない。

【0008】

本発明の目的は、粗大な粒子やトナー微粉が少なく、シャープな粒度分布を有するトナー粒子を得るための粉体粒子の熱処理装置及びトナーの製造方法を提供することである。また、トナー粒子の円形度分布が適度な範囲であり、且つ円形度分布がシャープであるトナー粒子を得るための粉体粒子の熱処理装置及びトナーの製造方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明は、結着樹脂及び着色剤を含有する粉体粒子を熱処理するための粉体粒子の熱処理装置であって、

該熱処理装置が、

- (1) 内部で該粉体粒子の熱処理が行われる円筒形状の処理室と、
- (2) 該処理室の中心軸上に、該処理室の下端部から上端部に向けて突出するように配置されている、断面が略円形状である柱状部材と、
- (3) 該柱状部材の外周面に設けられた複数の粉体粒子供給口によって構成されている、該処理室の内部に該粉体粒子を吐出し、供給するための粉体粒子供給手段と、
- (4) 該処理室の内部に供給された該粉体粒子を熱処理するための熱風を供給するための熱風供給手段と、

(5) 該処理室の下端部側に設けられている粉体粒子排出口から、該処理室の内部で熱処理された該粉体粒子を該処理室の外に排出し、回収するための回収手段と、を有し、

該熱風供給手段が、該熱風が該処理室の内周面に沿って回転しながら該処理室の内部に供給されるように設けられており、

該粉体粒子排出口が、該処理室の内部において回転する該粉体粒子の回転を維持するように、該処理室の外周部に設けられていることを特徴とする粉体粒子の熱処理装置に関する。

【0010】

また、本発明は上記熱処理装置を用いたトナーの製造方法に関する。

【発明の効果】

【0011】

本発明によれば、粗大な粒子やトナー微粉が少ないシャープな粒度分布を有するトナー粒子を得ることができる。また、トナー粒子の円形度分布が適度な範囲であり、且つ円形度分布がシャープであるトナー粒子を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

10

20

30

40

50

【0012】

- 【図1】実施例1の構成を示す断面図である。
 【図2】実施例2の構成を示す断面図である。
 【図3】実施例3の構成を示す断面図である。
 【図4-1】実施例4の構成を示す断面図である。
 【図4-2】実施例5の構成を示す断面図である。
 【図5】熱風の規制部材の一例を示す図である。
 【図6】比較例1の構成を示す図である。
 【図7】比較例2の構成を示す図である。
 【図8】実施例1の構成におけるA-Aでの断面図である。

10

- 【図9】実施例1の構成におけるB-Bでの断面図である。
 【図10】実施例2の構成におけるB-Bでの断面図である。

【発明を実施するための形態】

【0013】

トナーの良好な転写性を確保する為には、トナーの平均円形度は0.960以上である事が好ましい。更に、好ましくは0.965以上である。

【0014】

また、ブレード等のクリーニング部材を用いて、感光体上から残余トナーを除去する画像形成装置への対応を考えた場合、トナー中において円形度0.990以上となる粒子の含有率が35%以下であることが好ましい。更に、好ましくは30%以下である。

20

【0015】

以下、本発明の熱処理装置について図を用いて説明する。図1には本発明の粉体粒子の熱処理装置の一例を示している。

【0016】

本発明の熱処理装置(1)は円筒形状の処理室を有しており、上方には熱風供給手段(3)が、装置本体(1)内の中心軸上には、処理室の下端部から上端部に向けて突出するように、断面が略円形状の柱状部材(以下センター・ポールという)(6)が設けられている。前記センター・ポール(6)の上面には、熱風を回転させるための規制部材(3A)と円錐状部材(3B)が設けられている。熱風が処理室の内周面に沿って供給されるよう、前記熱風の規制部材(3A)は図5に示すようなルーバータイプのものを用いるのが好ましいが、これに限定されない。更にセンター・ポール(6)は軸中心部に粉体粒子供給手段(2)から粉体粒子を供給するための通路を有する。粉体粒子は、圧縮気体によりセンター・ポール(6)内の通路を搬送される。また、この通路の上端部の中央には円錐状部材(2B)が設けられている。また、センター・ポール(6)は、熱風供給手段(3)出口部よりも下方の外周面に、装置内に粉体粒子を供給するための出口部(2A)を複数有している。また、センター・ポール(6)内の通路から出口部(2A)の粒子供給口までは、放射状に延びる通路にてつながっている。そして、センター・ポール内の通路の分岐点には、略円錐形状の前記円錐状部材(2B)が設けられており、これにより粉体粒子が出口部(2A)の各粒子供給口へと均一に近い状態で分配される。出口部(2A)から、熱風の回転方向と同じ方向に粉体粒子が吐出される様に、センター・ポール(6)の通路が構成されていることが好ましい。

30

【0017】

本発明の熱処理装置では、上述したように、センター・ポール(6)の出口部(2A)から処理室へと粉体粒子が供給される。また、熱風が、熱風供給手段から、処理室の内周面に沿って回転するように供給される。このような構成であれば、粉体粒子の供給方向が装置中心部から外側へ向かう方向であるので、処理室の内周面へと粉体粒子がより達し易くなる。そして、熱風による熱処理効果が最も大きい処理室の内周面に、粉体粒子を効率良く送るので、粉体粒子を十分に且つ均一に近い状態で熱処理する事が可能となる。

【0018】

40

50

前記粉体粒子の出口部(2A)よりも下方には、冷風供給手段(4)が少なくとも一段、好ましくは複数段設けられている。冷風供給手段(4)は、装置内における熱風及び粉体粒子の回転の流れを維持するように、冷風を供給する様に設けられていることが好ましい。又、熱処理装置(1)の下端部側には粉体粒子排出口が設けられており、こちらも装置内における粉体粒子等の回転を維持するように接線方向に向いて設けられている。

【0019】

熱風供給手段(3)出口部での流速VQと粉体粒子供給手段(2)出口部での流速VTの関係は、 $VQ > VT$ であるように調整させるのが好ましい。 $VQ > VT$ であれば、熱風の回転に対して、粉体粒子が乱流を起こすことなく整流化された状態で乗ることができ、均一に処理することが可能となる。

10

【0020】

熱処理装置の温度上昇を抑えるために、処理室及びセンターポール(6)は冷却ジャケット化されていることが好ましい。

【0021】

装置内に供給される熱風は、熱風供給手段(3)出口部における温度C()が100C 450であることが好ましい。熱風供給手段(3)出口部における温度が上記の範囲内であれば、加熱しすぎることによる粉体粒子の融着や合一を抑制しつつ、粉体粒子を均一に球形化処理することが可能となる。

【0022】

熱処理された粉体粒子は、粉体粒子排出口よりも上流側に設けられた冷風供給手段(4)により冷却される。この時、装置内の温度管理、粉体粒子の表面状態をコントロールする目的で、装置の本体側面に設けた冷風供給手段(4)から冷風を導入しても良い。冷風供給手段(4)の出口部はスリット形状、ルーバー形状、多孔板形状、メッシュ形状等を用いる事ができ、導入方向は装置壁面に沿う方向となっている。

20

【0023】

冷風供給手段(4)内の温度E()は-20E 40であることが好ましい。冷風供給手段(4)内の温度が上記の範囲内であれば、熱処理された粉体粒子を適度に冷却することができ、粉体粒子の均一な球形化処理を阻害することなく、粉体粒子の融着や合一を抑制することができる。

【0024】

冷却された粉体粒子は、粉体粒子排出口から処理室外に排出され、回収手段(5)により回収される。回収手段(5)の下流側にはプロワー(不図示)が設けられ、プロワーにより吸引搬送される構成となっている。前記回収手段(5)は、装置内の粉体粒子等の回転の流れを維持できるのであればその数が複数であっても構わない。

30

【0025】

熱処理装置内に供給される圧縮気体、熱風及び冷風の流量の総量QINと、プロワーにより吸引される風量QOUTとの関係は、 $QIN = QOUT$ となるように調整されることが好ましい。 $QIN = QOUT$ であれば、装置内の圧力が負圧となるため、噴射された粉体粒子が装置外に排出されやすくなり、粉体粒子が熱を過剰に受けることを防止できる。その結果、合一した粉体粒子の増加や装置内での融着を抑制できる。

40

【0026】

上述の熱処理装置を用いて、粉体粒子を球形化する過程について説明する。

【0027】

熱風供給手段から供給された熱風は、装置内の内壁面に沿って螺旋状に回転しながら下方へと移動する。その際に遠心力により装置外周側が熱く、内側に行くほど温度は低いという温度勾配が生じる。一方、粉体粒子供給手段から供給される粉体粒子は、熱風の上流もしくは下流から、熱風と同方向に装置内を回転するように供給される。 $VQ > VT$ の関係となるように調整されていることから、粉体粒子は熱風の回転の流れに乱流を起こすことなく、熱風の流れに乗ることができる。また、 $VQ > VT$ の流速差により剪断効果が働き、処理室内の熱処理空間において粉体粒子が分散し、合一粒子を抑制することが可能と

50

なる。更には、粉体粒子は装置内で回転していることから、遠心力により粒径の大きい粒子は、回転半径の大きい流路を通り、粒径の小さい粒子は、回転半径の小さい流路を通過することとなる。その結果、粒径の大きい粒子には長い時間熱がかかり、逆に粒径の小さい粒子には短い時間熱かかるため、粒径の大きさに応じた熱量で粉体粒子を熱処理することが可能となる。

【0028】

尚、本発明は図に示す態様のものに限定されない。

【0029】

従来から用いられている熱処理装置を図6及び7に示す。図6に示す装置においては、粉体粒子を装置内に噴射する噴射口を熱風中に設けており、圧縮空気によって粉体粒子を熱風中に分散させる構成であった。しかし、この構成では、粉体粒子の分散が十分に行われず、本発明の熱処理装置の様に粒子の粒径に応じた熱量を加えることができない。また、粒子の粒径によらず、粉体粒子にかかる熱量にバラツキがあり、十分に熱処理されていない粒子の混在比率が多くなってしまう。未処理の粒子の混在比率を下げるために、かける熱量をより多くすると、平均円形度は上がるが、円形度が0.990以上の粒子の割合が上昇すると共に、粉体粒子同士の合一が発生してしまう。

【0030】

又、図7に示す装置では、粉体粒子を回転させながら噴射するが、装置下部での吸引が装置の中心部にあるために、粉体粒子が回転する際に、あまり水平方向に広がらない。そのため粉体粒子の分散も不十分となり、粉体粒子の熱処理に偏りが生じ、かつ合一粒子の増加も起こり易い。結果として、熱処理された粉体粒子中において、粗大粒子の存在割合や、円形度が0.990以上の粒子の割合が上昇してしまう。

【0031】

本発明に用いられる粉体粒子は、接着樹脂及び着色剤を含有する。接着樹脂としては、ビニル系樹脂、ポリエステル系樹脂、エポキシ樹脂等が挙げられる。中でもビニル系樹脂とポリエステル系樹脂が帶電性や定着性でより好ましい。特に、粉体粒子の接着樹脂としてポリエステル系樹脂を用いた場合には本発明の熱処理装置を用いた際の効果が大きい。

【0032】

ビニル系モノマーの単重合体または共重合体、ポリエステル、ポリウレタン、エポキシ樹脂、ポリビニルブチラール、ロジン、変性ロジン、テルペン樹脂、フェノール樹脂、脂肪族または脂環族炭化水素樹脂、芳香族系石油樹脂等を、必要に応じて前述した接着樹脂に混合して用いることができる。

【0033】

2種以上の樹脂を混合して、接着樹脂として用いる場合、より好ましい形態としては分子量の異なるものを適当な割合で混合することが好ましい。

【0034】

接着樹脂のガラス転移温度は好ましくは45乃至80、より好ましくは55乃至70であり、数平均分子量(M_n)は2,500乃至50,000、重量平均分子量(M_w)は10,000乃至1,000,000であることが好ましい。

【0035】

ポリエステル樹脂は、全成分中45乃至55mol%がアルコール成分であり、55乃至45mol%が酸成分であることが好ましい。

【0036】

ポリエステル樹脂の酸価は好ましくは90mgKOH/g以下、より好ましくは50mgKOH/g以下であり、水酸基価は好ましくは50mgKOH/g以下、より好ましくは30mgKOH/g以下である。

【0037】

ポリエステル樹脂のガラス転移温度は好ましくは50乃至75、より好ましくは55乃至65であり、さらに数平均分子量(M_n)は好ましくは1,500乃至50,000、より好ましくは2,000乃至20,000であり、重量平均分子量(M_w)は好ま

10

20

30

40

50

しくは 6,000 乃至 100,000、より好ましくは 10,000 乃至 90,000 である。

【0038】

トナーを磁性トナーとして用いる場合、磁性トナーに含まれる磁性材料としては、マグネタイト、マグヘマイト、フェライトの如き酸化鉄、及び他の金属酸化物を含む酸化鉄； Fe, Co, Ni のような金属、あるいは、これらの金属と Al, Co, Cu, Pb, Mg, Ni, Sn, Zn, Sb, Be, Bi, Cd, Ca, Mn, Se, Ti, W, V のような金属との合金、およびこれらの混合物等が挙げられる。

【0039】

具体的には、磁性材料としては、四三酸化鉄 (Fe₃O₄)、三二酸化鉄 (- Fe₂O₃)、酸化鉄亜鉛 (ZnFe₂O₄)、酸化鉄イットリウム (Y₃Fe₅O₁₂)、酸化鉄カドミウム (CdFe₂O₄)、酸化鉄ガドリニウム (Gd₃Fe₅O₁₂)、酸化鉄銅 (CuFe₂O₄)、酸化鉄鉛 (PbFe₁₂O₁₉)、酸化鉄ニッケル (NiFe₂O₄)、酸化鉄ネオジム (NdFe₂O₃)、酸化鉄バリウム (BaFe₁₂O₁₉)、酸化鉄マグネシウム (MgFe₂O₄)、酸化鉄マンガン (MnFe₂O₄)、酸化鉄ランタン (LaFeO₃)、鉄粉 (Fe)、コバルト粉 (Co)、ニッケル粉 (Ni) 等が挙げられる。上述した磁性材料を単独で或いは 2 種以上組合せて使用することができる。特に好適な磁性材料は、四三酸化鉄又は - 三二酸化鉄の微粉末である。

【0040】

これらは結着樹脂 100 質量部に対して、磁性体を 20 乃至 150 質量部、好ましくは 50 乃至 130 質量部、更に好ましくは 60 乃至 120 質量部使用するのが良い。

【0041】

非磁性の着色剤としては、以下のものが挙げられる。

【0042】

黒色着色剤としては、カーボンブラック； イエロー着色剤、マゼンタ着色剤及びシアン着色剤とを用いて黒色に調整したものが挙げられる。

【0043】

マゼンタトナー用着色顔料としては、以下のものが挙げられる。縮合アゾ化合物、ジケトピロロピロール化合物、アンスラキノン、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、ペリレン化合物が挙げられる。具体的には、C. I. ピグメントレッド 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 21, 22, 23, 30, 31, 32, 37, 38, 39, 40, 41, 48 : 2, 48 : 3, 48 : 4, 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 57 : 1, 58, 60, 63, 64, 68, 81 : 1, 83, 87, 88, 89, 90, 112, 114, 122, 123, 144, 146, 150, 163, 166, 169, 177, 184, 185, 202, 206, 207, 209, 220, 221, 238, 254, 269； C. I. ピグメントバイオレット 19、C. I. バットレッド 1, 2, 10, 13, 15, 23, 29, 35 が挙げられる。

【0044】

着色剤には、顔料単独で使用してもかまわないと、染料と顔料とを併用してその鮮明度を向上させた方がフルカラー画像の画質の点から好ましい。

【0045】

マゼンタトナー用染料としては、以下のものが挙げられる。C. I. ソルベントレッド 1, 3, 8, 23, 24, 25, 27, 30, 49, 81, 82, 83, 84, 100, 109, 121, C. I. ディスパースレッド 9、C. I. ソルベントバイオレット 8, 13, 14, 21, 27、C. I. ディスパーバイオレット 1 の如き油溶染料、C. I. ベーシックレッド 1, 2, 9, 12, 13, 14, 15, 17, 18, 22, 23, 24, 27, 29, 32, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40、C. I. ベーシックバイオレット 1, 3, 7, 10, 14, 15, 21, 25, 26, 27, 28 の如きの塩基

10

20

30

40

50

性染料。

【0046】

シアントナー用着色顔料としては、以下のものが挙げられる。C.I.ピグメントブルー1、2、3、7、15:2、15:3、15:4、16、17、60、62、66；C.I.バットブルー6、C.I.アシッドブルー45、フタロシアニン骨格にフタルイミドメチルを1乃至5個置換した銅フタロシアニン顔料。

【0047】

イエロー用着色顔料としては、以下のものが挙げられる。縮合アゾ化合物、イソインドリノン化合物、アンスラキノン化合物、アゾ金属化合物、メチン化合物、アリルアミド化合物。具体的には、C.I.ピグメントイエロー1、2、3、4、5、6、7、10、11、12、13、14、15、16、17、23、62、65、73、74、83、93、95、97、109、110、111、120、127、128、129、147、155、168、174、180、181、185、191；C.I.バットイエロー1、3、20が挙げられる。また、C.I.ダイレクトグリーン6、C.I.ベーシックグリーン4、C.I.ベーシックグリーン6、ソルベントイエロー162などの染料も使用することができる。

【0048】

また、上記トナー（粉体粒子）を粉碎法で作製する場合、結着樹脂に予め着色剤を混合し、マスター・バッチ化させたものを用いることが好ましい。そして、この着色剤マスター・バッチとその他の原材料（結着樹脂及びワックス等）を溶融混練させることにより、トナー中に着色剤を良好に分散させることができる。

【0049】

結着樹脂に着色剤を混合し、マスター・バッチ化させる場合は、多量の着色剤を用いても着色剤の分散性を悪化させず、また、トナー粒子中における着色剤の分散性を良化し、混色性や透明性等の色再現性が優れる。また、転写材上でのカバーリングパワーが大きいトナーを得ることが出来る。また、着色剤の分散性が良化することにより、トナーの耐久安定性が優れ、高画質を維持した画像を得ることが可能となる。

【0050】

着色剤の使用量は、結着樹脂100質量部に対して好ましくは0.1乃至30質量部であり、より好ましくは0.5乃至20質量部であり、特に好ましくは3乃至15質量部である。

【0051】

トナーには、その帯電性をさらに安定化させる為に必要に応じて荷電制御剤を用いることができる。荷電制御剤は、結着樹脂100質量部あたり0.5乃至10質量部使用することが好ましい。

【0052】

荷電制御剤としては、以下のものが挙げられる。

【0053】

トナーを負荷電性に制御する負荷電性制御剤として、例えば有機金属錯体又はキレート化合物が有効であり、モノアゾ金属錯体、芳香族ヒドロキシカルボン酸の金属錯体、芳香族ジカルボン酸系の金属錯体が挙げられる。他には、芳香族ハイドロキシカルボン酸、芳香族モノ及びポリカルボン酸及びその金属塩、その無水物、又はそのエステル類、又は、ビスフェノールのフェノール誘導体類が挙げられる。

【0054】

トナーを正荷電性に制御する正荷電性制御剤としては、ニグロシン及び脂肪酸金属塩等による変性物、トリプチルベンジルアンモニウム-1-ヒドロキシ-4-ナフトスルホン酸塩、テトラブチルアンモニウムテトラフルオロボレート等の4級アンモニウム塩、及びこれらの類似体であるホスホニウム塩等のオニウム塩及びこれらのキレート顔料として、トリフェニルメタン染料及びこれらのレーキ顔料（レーキ化剤としては、燐タンゲステン酸、燐モリブデン酸、燐タンゲステンモリブデン酸、タンニン酸、ラウリン酸、没食子酸

10

20

30

40

50

、フェリシアン酸、フェロシアン化合物等)、高級脂肪酸の金属塩として、ジブチルスズオキサイド、ジオクチルスズオキサイド、ジシクロヘキシルスズオキシド等のジオルガノスズオキサイドやジブチルスズボレート、ジオクチルスズボレート、ジシクロヘキシルスズボレート等のジオルガノスズボレートが挙げられる。

【0055】

粉体粒子は、必要に応じて一種又は二種以上の離型剤を含有することが好ましい。離型剤としては次のものが挙げられる。

【0056】

低分子量ポリエチレン、低分子量ポリプロピレン、マイクロクリスタリンワックス、パラフィンワックスなどの脂肪族炭化水素系ワックス、また、酸化ポリエチレンワックスなどの脂肪族炭化水素系ワックスの酸化物、または、それらのブロック共重合物；カルナバワックス、サゾールワックス、モンタン酸エステルワックスなどの脂肪酸エステルを主成分とするワックス類；及び脱酸カルナバワックスなどの脂肪酸エステル類を一部または全部を脱酸化したものなどが挙げられる。さらに、パルミチン酸、ステアリン酸、モンタン酸などの飽和直鎖脂肪酸類；ブラシジン酸、エレオステアリン酸、パリナリン酸などの不飽和脂肪酸類；ステアリルアルコール、アラルキルアルコール、ベヘニルアルコール、カルナウビルアルコール、セリルアルコール、メリシルアルコールなどの飽和アルコール類；長鎖アルキルアルコール類；ソルビトールなどの多価アルコール類；リノール酸アミド、オレイン酸アミド、ラウリン酸アミドなどの脂肪酸アミド類；メチレンビスステアリン酸アミド、エチレンビスカブリン酸アミド、エチレンビスラウリン酸アミド、ヘキサメチレンビスステアリン酸アミドなどの飽和脂肪酸ビスアミド類；エチレンビスオレイン酸アミド、ヘキサメチレンビスオレイン酸アミド、N,N'-ジオレイルアジピン酸アミド、N,N'-ジオレイルセバシン酸アミドなどの不飽和脂肪酸アミド類；m-キシレンビスステアリン酸アミド、N,N'-ジステアリルイソフタル酸アミドなどの芳香族系ビスアミド類；ステアリン酸カルシウム、ラウリン酸カルシウム、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸マグネシウムなどの脂肪酸金属塩(一般に金属石けんといわれているもの)、また、脂肪族炭化水素系ワックスにスチレンやアクリル酸などのビニル系モノマーを用いてグラフト化させたワックス類；また、ベヘニン酸モノグリセリドなどの脂肪酸と多価アルコールの部分エステル化物、また、植物性油脂の水素添加などによって得られるヒドロキシル基を有するメチルエステル化合物。

【0057】

離型剤の量は、接着樹脂100質量部あたり0.1乃至20質量部用いることが好ましく、より好ましくは0.5乃至10質量部である。

【0058】

また、離型剤の示差走査型熱量計(DSC)で測定される昇温時の最大吸熱ピーク温度で規定される融点は、65乃至130であることが好ましい。より好ましくは80乃至125である。

【0059】

本発明においては、熱処理前の粉体粒子又は熱処理後の粉体粒子に流動化剤を外添してもかまわない。流動化剤としては、例えば、フッ化ビニリデン微粉末、ポリテトラフルオロエチレン微粉末の如きフッ素系樹脂粉末；湿式製法シリカ、乾式製法シリカの如きシリカ微粉末、酸化チタン微粉末、アルミナ微粉末等をシランカップリング剤、チタンカップリング剤、シリコーンオイルにより表面処理を施し、疎水化処理したものが挙げられる。

【0060】

酸化チタン微粉末としては、硫酸法、塩素法、揮発性チタン化合物例えばチタンアルコキシド、チタンハライド、チタンアセチルアセトネートの低温酸化(熱分解、加水分解)により得られる酸化チタン微粒子が用いられる。結晶系としてはアナターゼ型、ルチル型、これらの混晶型、アモルファスのいずれのものも用いることができる。

【0061】

アルミナ微粉末としては、バイヤー法、改良バイヤー法、エチレンクロルヒドリン法、

10

20

30

40

50

水中火花放電法、有機アルミニウム加水分解法、アルミニウムミヨウバン熱分解法、アンモニウムアルミニウム炭酸塩熱分解法、塩化アルミニウムの焰分解法により得られるアルミナ微粉体が用いられる。結晶系としては、 α 、 β 、 γ 、 δ 、 ϵ 、 η 、 θ 、 κ 、 λ 型、これらの混晶型、アモルファスのいずれのものも用いられる。その中でも、 α 、 β 、 γ 、 δ 、混晶型、アモルファスのものが好ましく用いられる。

〔 0 0 6 2 〕

前記微粉末は、その表面がカップリング剤やシリコーンオイルによって疎水化処理をされていることがより好ましい。

〔 0 0 6 3 〕

微粉末表面の疎水化処理方法は、微粉末と反応あるいは物理吸着する有機ケイ素化合物等で化学的、または物理的に処理する方法が挙げられる。

〔 0 0 6 4 〕

上記疎水化処理方法として好ましい方法は、ケイ素ハロゲン化合物の蒸気相酸化により生成されたシリカ微粒子を有機ケイ素化合物で処理する方法である。そのような方法に使用される有機ケイ素化合物の例は、以下のものが挙げられる。ヘキサメチルジシラザン、トリメチルシラン、トリメチルクロルシラン、トリメチルエトキシシラン、ジメチルジクロルシラン、メチルトリクロルシラン、アリルジメチルクロルシラン、アリルフェニルジクロルシラン、ベンジルジメチルクロルシラン、プロムメチルジメチルクロルシラン、-クロルエチルトリクロルシラン、-クロルエチルトリクロルシラン、クロルメチルジメチルクロルシラン、トリオルガノシリルメルカプタン、トリメチルシリルメルカプタン、トリオルガノシリルアクリレート、ビニルジメチルアセトキシシラン、ジメチルエトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、ジフェニルジエトキシシラン、ヘキサメチルジシロキサン、1,3-ジビニルテトラメチルジシロキサン、1,3-ジフェニルテトラメチルジシロキサンおよび1分子当たり2から12個のシロキサン単位を有し末端に位置する単位にそれぞれ1個宛のSiに結合した水酸基を含有するジメチルポリシロキサン。

(0 0 6 5)

上記流動化剤は単独で用いても、複数種を組合せて用いても良い。

〔 0 0 6 6 〕

疎水化後の流動化剤は、メタノール滴定試験によって測定された疎水化度が30乃至80の範囲の値を示すことが好ましい。

[0 0 6 7]

流動化剤は、B E T法で測定した窒素吸着による比表面積が30 m² / g以上、好ましくは50 m² / g以上のものが良好な結果を与える。

[0 0 6 8]

流動化剤は、トナー粒子（粉体粒子）100質量部に対して0.1乃至8.0質量部使用することが好ましく、より好ましくは0.1乃至4.0質量部である。

〔 0 0 6 9 〕

熱処理前の粉体粒子又は熱処理後の粉体粒子には、帯電性付与性や流動性付与等を目的として、上述以外の無機微粉体を添加しても良い。無機微粉体としては、マグネシウム、亜鉛、コバルト、マンガン、ストロンチウム、セリウム、カルシウム、バリウム等のチタン酸塩及び/又はケイ酸塩が挙げられる。

[0 0 7 0]

無機微粒子は、トナー粒子（粉体粒子）100質量部に対して、0.1乃至10質量部用いられることが好ましく、より好ましくは0.2乃至8質量部である。

〔 0 0 7 1 〕

トナーを磁性キャリアと混合して、二成分系現像剤として用いることができる。

[0 0 7 2]

磁性キャリアとしては、例えば、表面を酸化した鉄粉、或いは、未酸化の鉄粉や、鉄、リチウム、カルシウム、マグネシウム、ニッケル、銅、亜鉛、コバルト、マンガン、クロム、希土類の如き金属粒子、それらの合金粒子、酸化物粒子、フェライト等の磁性体や、

磁性体とバインダー樹脂とを含有する磁性体分散樹脂キャリア（いわゆる樹脂キャリア）等、一般に公知のものを使用できる。

【0073】

トナーを磁性キャリアと混合して二成分系現像剤として使用する場合、その際のキャリア混合比率は、現像剤中のトナー濃度が2質量%以上15質量%以下になるように調整することが好ましく、より好ましくは4質量%以上13質量%以下である。

【0074】

本発明においては、熱処理工程の前に、粉体粒子に、流動化剤、転写助剤、帯電安定化剤などの外添剤をヘンシェルミキサーの如き混合機で混合して用いることができる。

【0075】

本発明の熱処理装置によって熱処理されて得られたトナー粒子の重量平均径（D4）は、4μm以上12μm以下であることが好ましい。

10

【0076】

本発明の熱処理装置は、粉碎法、懸濁重合法、乳化凝集法、溶解懸濁法など公知の製造方法で得られた粉体粒子に適用することが可能である。以下、粉碎法によってトナーを製造する手順について説明する。

【0077】

原料混合工程では、トナー原料として、少なくとも樹脂、着色剤を所定量秤量して配合し、混合する。混合装置の一例としては、ヘンシェルミキサー（三井鉱山社製）；スーパー・ミキサー（カワタ社製）；リボコーン（大川原製作所社製）；ナウターミキサー、タービュライザー、サイクロミックス（ホソカワミクロン社製）；スパイラルピンミキサー（太平洋機工社製）；レーディゲミキサー（マツボー社製）等がある。

20

【0078】

更に、混合したトナー原料を溶融混練工程にて、溶融混練して、樹脂類を溶融し、その中の着色剤等を分散させる。混練装置の一例としては、TEM型押し出し機（東芝機械社製）；TEX二軸混練機（日本製鋼所社製）；PCM混練機（池貝鉄工所社製）；ニーデックス（三井鉱山社製）等が挙げられるが、連続生産できる等の優位性から、バッチ式練り機よりも、1軸または2軸押出機といった連続式の練り機が好ましい。

【0079】

更に、トナー原料を溶融混練することによって得られる着色樹脂組成物は、溶融混練後、2本ロール等で圧延され、水冷等で冷却する冷却工程を経て冷却される。

30

【0080】

上記で得られた着色樹脂組成物の冷却物は、次いで、粉碎工程で所望の粒径にまで粉碎される。粉碎工程では、まず、クラッシャー、ハンマーミル、フェザーミル等で粗粉碎され、更に、クリプトロンシステム（川崎重工業社製）、スーパー・ローター（日清エンジニアリング社製）等で微粉碎され、トナー微粒子を得る。

【0081】

得られたトナー微粒子は、分級工程にて、所望の粒径を有するトナーの表面改質粒子に分級される。分級機としては、ターボプレックス、TSPセパレータ、TTSPセパレータ（ホソカワミクロン社製）；エルボージェット（日鉄鉱業社製）等がある。

40

【0082】

続いて、熱処理工程として、得られたトナー粒子（粉体粒子）を本発明の熱処理装置を用いて球形化処理を行い、表面改質粒子とする。

【0083】

表面改質後、必要に応じて、粗粒等を篩い分けるために、例えば、ウルトラソニック（晃栄産業社製）；レゾナシーブ、ジャイロシフター（徳寿工作所社）；ターボスクリーナー（ターボ工業社製）；ハイボルター（東洋ハイテック社製）等の篩分機を用いても良い。

【0084】

尚、熱処理工程は上記微粉碎後に行っても良いし、分級後に行ってもよい。

50

【0085】

<重量平均粒径(D4)、個数平均粒径(D1)の測定方法>

粉体粒子及びトナーの、重量平均粒径(D4)および個数平均粒径(D1)は、100 μm のア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)と、測定条件設定及び測定データ解析をするための付属の専用ソフト「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)を用いて、実効測定チャンネル数2万5千チャンネルで測定し、測定データの解析を行い、算出した。

【0086】

10

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。

【0087】

尚、測定、解析を行う前に、以下のように専用ソフトの設定を行う。

【0088】

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、測定後のアーチャーチューブのフラッシュにチェックを入れる。

20

【0089】

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、ビン間隔を対数粒径に、粒径ビンを256粒径ビンに、粒径範囲を2 μm から60 μm までに設定する。

【0090】

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/秒にて行う。そして、解析ソフトの「アーチャーのフラッシュ」機能により、アーチャーチューブ内の汚れと気泡を除去しておく。

30

(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、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 Tetra 150」(日科機バイオス社製)の水槽内に所定量のイオン交換水を入れ、この水槽中に前記コンタミノンNを約2ml添加する。

(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。

40

(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う。

(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)

50

および個数平均粒径 (D 1) 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 (D 4) 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 (D 1) である。

【0091】

<微粉量の算出方法>

粉体粒子又はトナー中の個数基準の微粉量 (個数%) は、以下のようにして算出する。

【0092】

例えば、トナー中の $4.0 \mu\text{m}$ 以下の粒子の個数%は、前記の Multisizer 3 の測定を行った後、(1) 専用ソフトでグラフ / 個数%に設定して測定結果のチャートを個数%表示とし、(2) 書式 / 粒径 / 粒径統計画面における粒径設定部分の「<」にチェック、その下の粒径入力部に「4」を入力する。そして、(3) 分析 / 個数統計値 (算術平均) 画面を表示したときの「 $< 4 \mu\text{m}$ 」表示部の数値が、トナー中の $4.0 \mu\text{m}$ 以下の粒子の個数%である。

10

【0093】

<粗粉量の算出方法>

粉体粒子又はトナー中の体積基準の粗粉量 (体積%) は、以下のようにして算出する。

【0094】

例えば、トナー中の $10.0 \mu\text{m}$ 以上の粒子の体積%は、前記の Multisizer 3 の測定を行った後、(1) 専用ソフトでグラフ / 体積%に設定して測定結果のチャートを体積%表示とし、(2) 書式 / 粒径 / 粒径統計画面における粒径設定部分の「>」にチェック、その下の粒径入力部に「10」を入力する。そして、(3) 分析 / 体積統計値 (算術平均) 画面を表示したときの「 $> 10 \mu\text{m}$ 」表示部の数値が、トナー中の $10.0 \mu\text{m}$ 以上の粒子の体積%である。

20

【0095】

<平均円形度の測定>

粉体粒子又はトナーの平均円形度は、フロー式粒子像分析装置「FPIA-3000型」(シスメックス社製)によって、校正作業時の測定・解析条件で測定する。

【0096】

具体的な測定方法としては、イオン交換水 20ml に、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塩を適量加えた後、測定試料 0.02g を加え、発振周波数 50kHz 、電気的出力 150W の卓上型の超音波洗浄器分散機(例えば「VS-150」(ヴエルヴォクリア社製など))を用いて2分間分散処理を行い、測定用の分散液とする。その際、分散液の温度が 10 以上 40 以下となる様に適宜冷却する。

30

【0097】

測定には、標準対物レンズ(10倍)を搭載した前記フロー式粒子像分析装置を用い、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)を使用する。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、HPF測定モードで、トータルカウントモードにて3000個のトナー粒子を計測して、粒子解析時の2値化閾値を85%とし、解析粒子径を円相当径 $2.00 \mu\text{m}$ 以上 $200.00 \mu\text{m}$ 以下に限定し、粉体粒子又はトナーの平均円形度を求める。

40

【0098】

測定にあたっては、測定開始前に標準ラテックス粒子(例えばDuke Scientific社製5200Aをイオン交換水で希釈)を用いて自動焦点調整を行う。その後、測定開始から2時間毎に焦点調整を実施することが好ましい。

【0099】

なお、本願実施例では、シスメックス社による校正作業が行われた、シスメックス社が発行する校正証明書の発行を受けたフロー式粒子像分析装置を使用し、解析粒子径を円相当径 $2.00 \mu\text{m}$ 以上 $200.00 \mu\text{m}$ 以下に限定した以外は、校正証明を受けた時の測定及び解析条件で測定を行った。

50

【0100】

<円形度が0.990以上の粒子の割合の算出方法>

粉体粒子又はトナー中における、円形度が0.990以上の粒子の割合は、頻度(%)で表わされる。具体的には、FPIA-3000によって測定した粉体粒子又はトナーの円形度において、頻度テーブルの範囲1.00の頻度(%)の値と、0.990->1.000の頻度(%)の値を足した値を用いる。

【実施例】

【0101】

〔ポリエステル樹脂1〕

冷却管、攪拌機、及び、窒素導入管のついた反応槽中に、以下の材料を秤量して加えた
10
。

テレフタル酸	17.6 質量部
ポリオキシエチレン(2.2)-2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン	76.2 質量部
チタニウムジヒドロキシビス(トリエタノールアミネート)	0.2 質量部

【0102】

その後、220に加熱し、窒素を導入しつつ生成する水を除去しながら8時間反応させた。その後、無水トリメリット酸1.5質量部を加え、180に加熱し、4時間反応させポリエステル樹脂1を合成した。

【0103】

GPCで求めたポリエステル樹脂1の分子量は、重量平均分子量(Mw)82400、数平均分子量(Mn)3300、ピーク分子量(Mp)8450、ガラス転移温度(Tg)は63、軟化点(1/2法)は110であった。

【0104】

〔トナー粒子Aの製造〕

ポリエステル樹脂1:100質量部

パラフィンワックス:6質量部

(最大吸熱ピークのピーク温度:78)

3,5-ジ-t-ブチルサリチル酸アルミニウム化合物:1.0質量部

C.I.ピグメントブルー15:3:5質量部

上記の材料を、ヘンシェルミキサー(FM-75型、日本コークス社製)でよく混合した後、2軸混練機(PCM-30型、池貝鉄鋼(株)製)にて混練した。得られた混練物を冷却し、ハンマーミルで粗碎した後、機械式粉碎機(T-250:ターボ工業(株)製)にて微粉碎し、トナー微粉碎品B-1を得た。

【0105】

得られたトナー微粉碎物B-1を回転式分級機(TTSP100、ホソカワミクロン(株)製)にて、微粉及び粗粉をカットする分級を行い、重量平均粒径が6.5μmであり、粒径4.0μm以下の粒子の存在率が25.6個数%、且つ粒径10.0μm以上の粒子を3.0体積%含有するトナー粒子aを得た。

【0106】

トナー粒子aを、FPIA-3000にて円形度を測定した結果、平均円形度が0.950、円形度0.990以上の粒子の頻度が1.5%であった。

【0107】

さらに、下記材料をヘンシェルミキサー(FM-75型、日本コークス社製)に投入し、回転羽根の周速を35.0m/secとし、混合時間3分で混合することにより、トナー粒子aの表面に、シリカと酸化チタンを付着させた母体粒子を得た。

トナー粒子a:100質量部

シリカ:3.5質量部

(ゾルゲル法で作製したシリカ微粒子にヘキサメチルジシラザン処理1.5質量%で表面処理した後、分級によって所望の粒度分布に調整したもの。)

10

20

30

40

50

酸化チタン：0.5質量部

(アナターゼ形の結晶性を有するメタチタン酸を表面処理したもの。)

【0108】

上記トナー粒子aに、シリカと酸化チタンを付着させることにより、トナー粒子自体の流動性が良化し、熱処理の効率が向上することが知られている。その結果、処理温度や熱風風量及びインジェクションエア風量の低減が期待でき、粗大粒子の発生も抑制できる。

【0109】

以下、上記母体粒子をトナー粒子Aとする。粒度及び円形度に関しては、トナー粒子aと同じであった。

【0110】

10

〔実施例1〕

本実施例では、図1に示した熱処理装置を用い、トナー粒子a及びトナー粒子Aを熱処理した。

【0111】

尚、熱処理装置本体の内径(直径)は450mm、センターポールの外径(直径)は330mm、装置の天板から底面までの高さは1350mmである。原料の出口部(2A)は8分割とした。

【0112】

まず、トナー粒子aの供給量を40kg/hrとし、熱処理後の粒子の平均円形度が0.970となるように、装置運転条件を調整した。その時の運転条件は、熱風温度を165、熱風流量を25.5m³/minに設定した。また、冷風温度は-5、インジェクションエア流量は3.0m³/minとした。冷風供給手段の一段目は、トータルの風量が6.0m³/minであり、これを4分割し(図9参照)それぞれの風量が1.5m³/minとなるように調整した。冷風供給手段の二段目は、トータルの風量が2.0m³/minであり、これを4分割し、それぞれの風量が0.5m³/minとなるように調整した。

20

【0113】

このとき得られた表面改質粒子は、重量平均径(D4)が6.9μm、粒径4.0μm以下の粒子の存在率が23.4個数%、粒径10.0μm以上の粒子の存在率が9.1体積%であった。

30

【0114】

更に、FPIA-3000にて円形度を測定した結果、平均円形度が0.970、円形度が0.990以上の粒子の頻度は25.8%であった。

【0115】

次に、トナー粒子Aを用いて供給量を40kg/hrとし、熱処理後の粒子の平均円形度が0.970となるように、装置運転条件を調整した。その時の運転条件は、熱風温度を150にし、熱風流量を25.0m³/minで熱処理した。また、冷風温度は-5、インジェクションエア流量は2.5m³/minとした。冷風供給手段の一段目は、トータルの風量が6.0m³/minであり、これを4分割して(図9参照)、それぞれの風量が1.5m³/minとなるように調整した。冷風供給手段の二段目は、トータルの風量が2.0m³/minであり、これを4分割し、それぞれの風量が0.5m³/minとなるように調整した。このとき得られた表面改質粒子は、重量平均径(D4)が6.6μm、粒径4.0μm以下の粒子の存在率が23.6個数%、粒径10.0μm以上の粒子の存在率が4.5体積%であった。

40

【0116】

更に、FPIA3000にて円形度を測定した結果、平均円形度が0.970、円形度が0.990以上の粒子の頻度は23.8%であった。

【0117】

次に、トナー粒子Aの供給量を80kg/hrとし、平均円形度0.970の表面改質を得るために、装置運転条件を調整した。その時の運転条件は、熱風温度を160、熱

50

風流量を $26.0 \text{ m}^3/\text{min}$ で熱処理した。冷風温度は -5°C 、インジェクションエア流量は $3.5 \text{ m}^3/\text{min}$ 、冷風流量は、一段目がトータル $6.0 \text{ m}^3/\text{min}$ を 4 分割し(図9の(4)参照)、それぞれ $1.5 \text{ m}^3/\text{min}$ 、二段目はトータル $2.0 \text{ m}^3/\text{min}$ を 4 分割し、それぞれ $0.5 \text{ m}^3/\text{min}$ を供給した。

【0118】

このとき得られた表面改質粒子は、重量平均径(D4)が $6.7 \mu\text{m}$ 、粒径 $4.0 \mu\text{m}$ 以下の粒子の存在率が 23.1% 、粒径 $10.0 \mu\text{m}$ 以上の粒子の存在率が 6.2% 体積%であった。更に FPIA-3000にて円形度を測定した結果、平均円形度 0.970 、円形度が 0.990 以上の粒子の頻度は 24.1% であった。

【0119】

また、トナー粒子a及びトナー粒子Aの熱処理において、それぞれ1時間運転後にトナー粒子の供給を止め、装置内の融着状況を確認したところ、融着物が全く認められないレベルであった。

【0120】

実施例1について、以下の評価基準に基づいて評価した。

【0121】

<円形度が 0.990 以上の粒子の頻度に対する評価>

得られた表面改質粒子における、円形度が 0.990 以上の粒子の頻度 b (%)を以下の基準で評価した。

A : $25.0 < b$

B : $25.0 \leq b < 30.0$

C : $30.0 \leq b < 35.0$

D : $35.0 \leq b < 40.0$

E : $b \geq 40.0$

【0122】

<粗粉量に対する評価>

また、このとき得られた表面改質粒子について、表面改質粒子中の $10.0 \mu\text{m}$ 以上の粒子の増加割合 s (体積%)を下記の基準で判断した。

$s = \text{熱処理後の } 10.0 \mu\text{m} \text{ 以上の粒子の割合 (体積\%)} - \text{熱処理前の } 10.0 \mu\text{m} \text{ 以上の粒子の割合 (体積\%)}$

A : $5.0 < s$

B : $5.0 \leq s < 10.0$

C : $10.0 \leq s < 15.0$

D : $15.0 \leq s < 20.0$

E : $s \geq 20.0$

【0123】

<融着に関する評価>

1時間運転後、母体粒子の供給を止め、工業用ビデオスコープ「IPLEX SA II R」(オリンパス社製)のスコープ部を熱処理装置側面の点検口(不図示)から挿入し、装置内の融着状況を確認し、下記の基準で判断した。

A : 融着物が全く認められないレベル

B : 融着物が僅かに認められるが、運転上支障のないレベル

C : 融着が認められるが、運転上支障のないレベル

D : 融着が認められ、運転を中止する必要があるレベル

E : 大きな融着物が認められ、運転を中止する必要があるレベル

【0124】

実施例1の運転条件は表1に、結果は表2にまとめた。

【0125】

[実施例2]

本実施例では、図2に示した熱処理装置を用いた。

10

20

30

40

50

【0126】

図2の構成では、熱風供給手段を複数備えており、装置上部の水平面の接線方向から熱風を4分割して導入した(図10参照)。原料出口部(2A)は8分割とした。

【0127】

上記構成にて、表1に示す運転条件にてトナー粒子Aの熱処理を行った。

【0128】

これらの結果を表2にまとめた。

【0129】

〔実施例3〕

本実施例では、図3に示した熱処理装置を用いた。

10

【0130】

図3の構成では、熱風供給手段を原料出口部下端からやや下方(ここでは原料出口部から10mm下方)に設け、装置水平面の接線方向から熱風を4分割で導入した。原料出口部(2A)は8分割とした。

【0131】

上記構成にて、表1に示す運転条件にてトナー粒子Aの熱処理を行った。

【0132】

これらの結果を表2にまとめた。

【0133】

〔実施例4〕

20

本実施例では、図4-1に示した熱処理装置を用い、トナー粒子Aを熱処理した。

【0134】

図4-1の構成では、熱風出口部(3C)をセンターポール(6)に設け、且つ熱風を8分割して導入した。原料出口部(2A)は8分割とした。

【0135】

上記構成にて表1に示す運転条件にてトナー粒子Aの熱処理を行った。

【0136】

これらの結果を表2にまとめた。

【0137】

〔実施例5〕

30

本実施例では、図4-2に示す様に、図4-1において熱風供給手段と粉体粒子供給手段との位置を逆にした構成の装置を用い、トナー粒子Aを熱処理した。

【0138】

本実施例の構成では、熱風を装置底部からセンターポール内に導入し、且つ熱風を8分割して導入した。原料出口部(2A)は8分割とした。

【0139】

上記構成にて、表1に示す運転条件にてトナー粒子Aの熱処理を行った。

【0140】

これらの結果を表2にまとめた。

【0141】

〔比較例1〕

40

本比較例では、図6に示した熱処理装置を用い、トナー粒子Aを熱処理した。

【0142】

図6の熱処理装置では、粉体粒子供給手段2に設けられた複数のノズルよりトナー粒子が装置内に供給され、ノズルは、粉体粒子供給手段の外側に設けられた熱風供給手段3に向けて放射状に配置されている。

【0143】

上記装置で、供給量40kg/hrにて、熱処理後の粒子の平均円形度が0.970となるように熱処理を行った。このときの運転条件は、熱風温度が265℃、熱風風量は25.0m³/min、インジェクションエア流量は2.5m³/minとした。なお、該装

50

置においては、熱風供給手段の外側から外気を取り込むことで冷却をおこなっている。このとき得られた表面改質粒子は、重量平均径 (D4) が 7.8 μm、粒径 4.0 μm 以下の粒子の存在率が 21.7 個数 %、粒径 10.0 μm 以上の粒子の存在率が 19.8 体積 % であった。更に、FPIA-3000 にて円形度を測定した結果、平均円形度が 0.970、円形度が 0.990 以上の粒子の頻度は 41.8 % であった。

【0144】

次に、トナー粒子 A の供給量を 80 kg / hr とし、熱処理後の粒子の平均円形度が 0.970 となるように運転条件を調整して処理した。このときの運転条件は、熱風温度が 290 、熱風風量は 26.0 m³ / min 、インジェクションエア流量は 3.5 m³ / min であった。このとき得られた表面改質粒子は、重量平均径 (D4) が 8.0 μm、粒径 4.0 μm 以下の粒子の存在率が 20.6 個数 %、粒径 10.0 μm 以上の粒子の存在率が 25.6 体積 % であった。更に、FPIA-3000 にて円形度を測定した結果、平均円形度が 0.970、円形度が 0.990 以上の粒子の頻度は 40.9 % であった。

【0145】

また、1 時間運転後にトナー粒子 A の供給を止め、装置内の融着状況を確認したところ、熱風供給手段出口部の内側に融着が認められた。

【0146】

これらの結果を表 2 にまとめた。

【0147】

比較例 1 では、10.0 μm 以上のトナー粒子の割合が増大し、且つ 0.990 以上の粒子の頻度が増加した。その理由としては、この構成では、粉体粒子の分散が十分に行われず、本発明の熱処理装置の様にトナー粒子の粒径に応じた熱量を加えることができない。また、トナー粒子の粒径によらず、トナー粒子にかかる熱量にバラツキがあり、十分に熱処理されていないトナー粒子の混在比率が多くなってしまう。未処理のトナー粒子の混在比率を下げるために、かける熱量をより多くすると、平均円形度は上がるが、円形度が 0.990 以上のトナー粒子の割合が上昇すると共に、トナー粒子同士の合併が発生してしまうためである。

【0148】

〔比較例 2〕

本比較例では、図 7 に示した熱処理装置を用い、トナー粒子 A を熱処理した。

【0149】

粉体粒子供給手段 2 は、ラッパ状に構成され、内面を回転しながらトナー粒子が装置内に供給される仕組みである。熱風供給手段 3 は、粉体粒子供給手段の外周に設けられており、熱風の供給方向が粉体粒子供給手段から供給されるトナー粒子に向くようになっている。さらに外周部及び装置下流側に冷風供給手段が設けられている。

【0150】

上記装置で、供給量 40 kg / hr にて、熱処理後の粒子の平均円形度が 0.970 となるように運転条件を調整してトナー粒子 A の熱処理を行った。

【0151】

この時の運転条件は、熱風温度が 285 、熱風風量が 25.0 m³ / min 、インジェクションエア流量は 2.5 m³ / min 、冷風流量は、10.0 m³ / min 、冷風温度は -5 であった。このとき得られた表面改質粒子は、重量平均径 (D4) が 7.6 μm 、粒径 4.0 μm 以下の粒子の存在率が 22.1 個数 %、粒径 10.0 μm 以上の粒子の存在率が 17.0 体積 % であった。

【0152】

更に、FPIA-3000 にて円形度を測定した結果、平均円形度が 0.970、円形度が 0.990 以上の粒子の頻度は 35.9 % であった。

【0153】

次に、トナー粒子 A の供給量を 80 kg / hr とし、平均円形度が 0.970 となるように運転条件を調整して処理した。この時の運転条件は、熱風温度が 315 、熱風風量

10

20

30

40

50

が 26.0 m³ / min、インジェクションエア流量は 3.5 m³ / min、冷風流量は、10.0 m³ / min、冷風温度は -5 であった。このとき得られた表面改質粒子は、重量平均径 (D4) が 7.8 μm、粒径 4.0 μm 以下の粒子の存在率が 21.5 個数%、粒径 10.0 μm 以上の粒子の存在率が 20.1 体積% であった。更に、FPIA-3000 にて円形度を測定した結果、平均円形度が 0.970、円形度が 0.990 以上の粒子の頻度は 36.7 % であった。

【0154】

また、1時間運転後にトナー粒子 A の供給を止め、装置内の融着状況を確認したところ、熱風供給手段出口部の内側及び粉体粒子供給手段出口部外周部に融着が認められた。

【0155】

これらの結果を表 2 にまとめた。

【0156】

比較例 2 では、10.0 μm 以上のトナー粒子の割合が増大し、且つ 0.990 以上の頻度が増加した。その理由としては、粉体粒子を回転させながら噴射はするが、装置下部での吸引が、装置の中心部にあるために、期待されたほどの広がり及び回転は起こらない。そのため分散も不十分となり、原料供給手段の外側に設けられた熱風供給手段から供給される熱風に十分に粉体粒子が行き渡らずに熱処理に偏りが生じる。そのため、粒子同士の合一の増加が起こってしまい、結果として円形度が 0.990 以上の粒子の割合も上昇してしまう。

【0157】

【表 1】

		原料	処理量 (kg/hr)	熱風温度 (°C)	熱風風量 (m ³ /min)	冷風風量 一段目 (m ³ /min)	冷風風量 二段目 (m ³ /min)	冷風温度 (°C)	インジェクション エア流量 (m ³ /min)
実施例1	1	トナー粒子a	40	165	25.5	6.0	2.0	-5	3.0
	2	トナー粒子A	40	150	25.0	6.0	2.0	-5	2.5
	3	トナー粒子A	80	160	26.0	6.0	2.0	-5	3.5
実施例2	1	トナー粒子A	40	160	25.0	6.0	2.0	-5	2.5
	2	トナー粒子A	80	170	26.0	6.0	2.0	-5	3.5
実施例3	1	トナー粒子A	40	155	25.0	6.0	2.0	-5	2.5
	2	トナー粒子A	80	165	26.0	6.0	2.0	-5	3.5
実施例4	1	トナー粒子A	40	150	25.0	6.0	2.0	-5	2.5
	2	トナー粒子A	80	160	26.0	6.0	2.0	-5	3.5
実施例5	1	トナー粒子A	40	155	25.0	6.0	2.0	-5	2.5
	2	トナー粒子A	80	165	26.0	6.0	2.0	-5	3.5
比較例1	1	トナー粒子A	40	265	25.0	-(外気)		18	2.5
	2	トナー粒子A	80	290	26.0	-(外気)		18	3.5
比較例2	1	トナー粒子A	40	285	25.0	10.0		-5	2.5
	2	トナー粒子A	80	315	26.0	10.0		-5	3.5

【0158】

10

20

30

40

【表2】

熱処理装置		重量平均径(D4)	4.0μm以下の粒子の割合	10.0μm以上の粒子の割合	平均円形度	円形度0.990以上の粒子の頻度		s		融着に対する評価
			(μm)	(個数%)		(頻度%)	評価	(個数%)	評価	
トケ-粒子a	—	6.5	25.6	3.0	0.950	1.5	—	—	—	—
トケ-粒子A	—	6.5	25.6	3.0	0.950	1.5	—	—	—	—
実施例1	1	図1	6.9	23.4	9.1	0.970	25.8	B	6.1	B
	2		6.6	23.6	4.5	0.970	23.8	A	1.5	A
	3		6.7	23.1	6.2	0.970	24.1	A	3.2	A
実施例2	1	図2	6.7	23.3	5.9	0.970	23.9	A	2.9	A
	2		6.8	23.2	7.6	0.970	24.0	A	4.6	A
実施例3	1	図3	6.6	23.6	4.8	0.970	24.3	A	1.8	A
	2		6.7	23.5	6.5	0.970	24.1	A	3.5	A
実施例4	1	図4-1	6.6	23.4	4.7	0.970	23.9	A	1.7	A
	2		6.7	23.7	6.3	0.970	23.6	A	3.3	A
実施例5	1	図4-2	6.6	23.8	4.9	0.970	23.8	A	1.9	A
	2		6.7	23.1	6.6	0.970	24.0	A	3.6	A
比較例1	1	図6	7.8	21.7	19.8	0.970	41.8	E	16.8	D
	2		8.0	20.6	25.6	0.970	40.9	E	22.6	E
比較例2	1	図7	7.6	22.1	17.0	0.970	35.9	D	14.0	C
	2		7.8	21.5	20.1	0.970	36.7	D	17.1	D

【符号の説明】

【0 1 5 9】

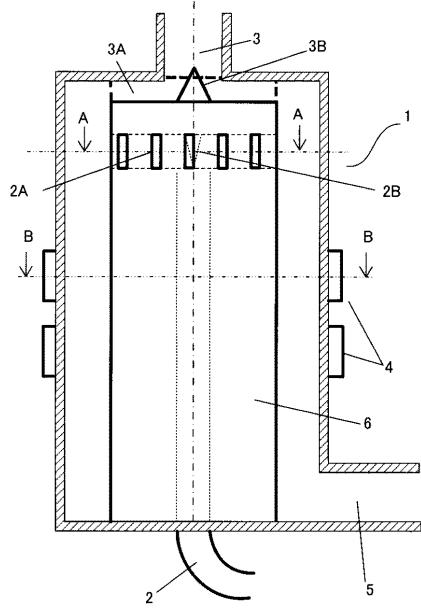
1 装置本体、2 粉体粒子供給手段、2 A 原料出口部、2 B 円錐状部材、3 熱風供給手段、3 A 規制部材、3 B 円錐状部材、3 C 熱風出口部、4 冷風供給手段、5 回収手段、6 センターポール

10

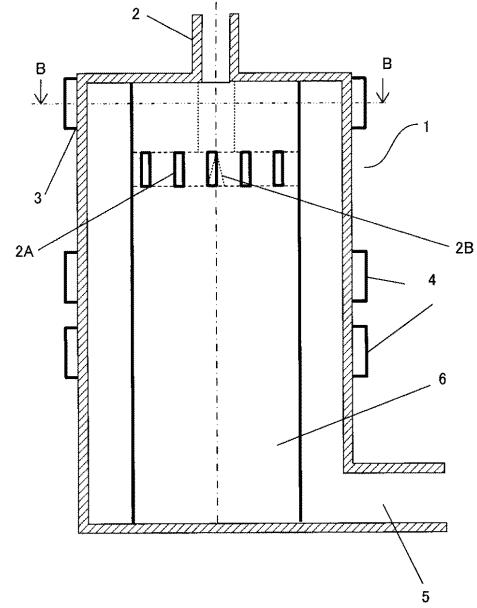
20

30

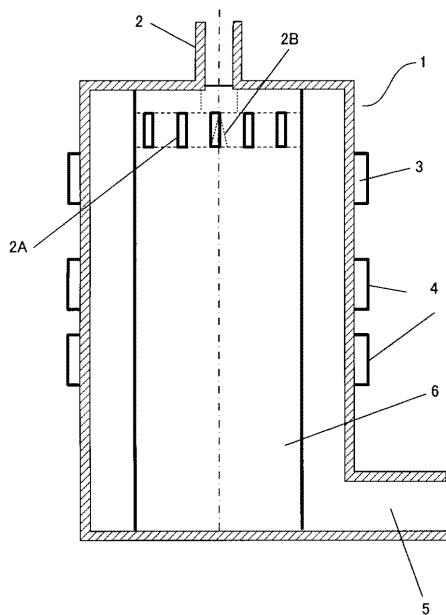
【図1】



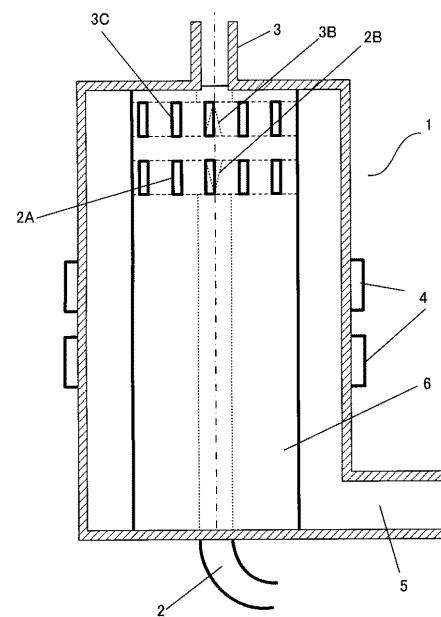
【図2】



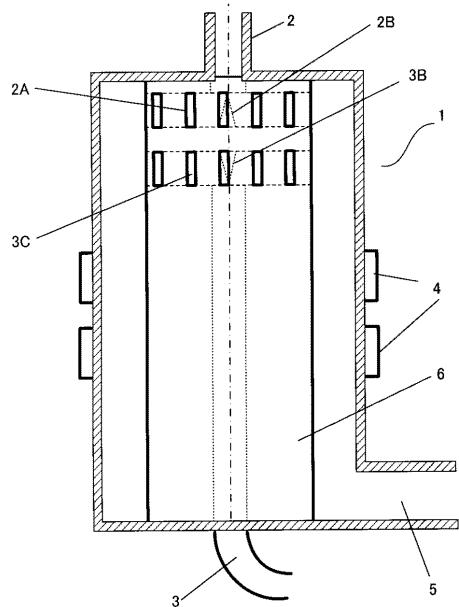
【図3】



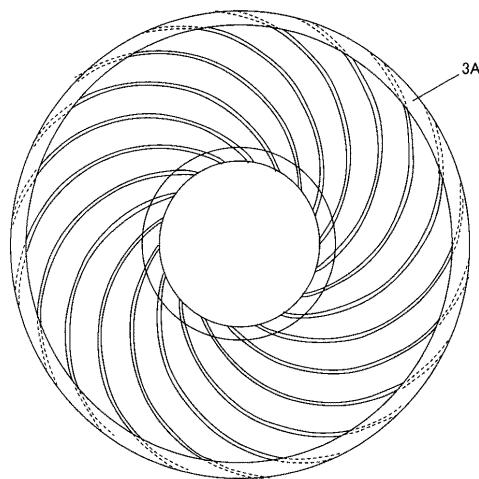
【図4-1】



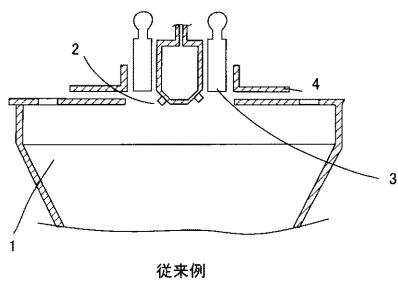
【図4-2】



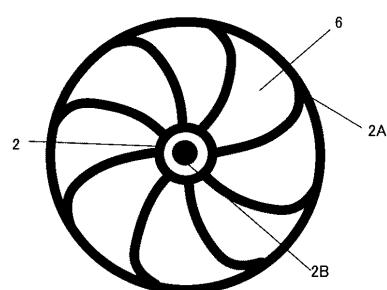
【 义 5 】



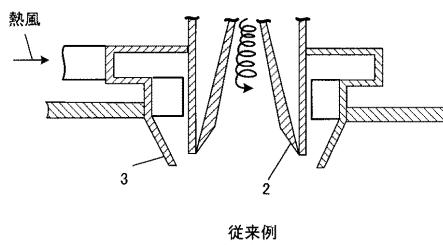
【 四 6 】



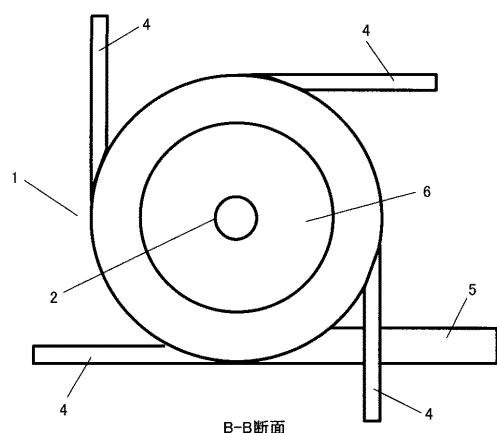
【 四 8 】



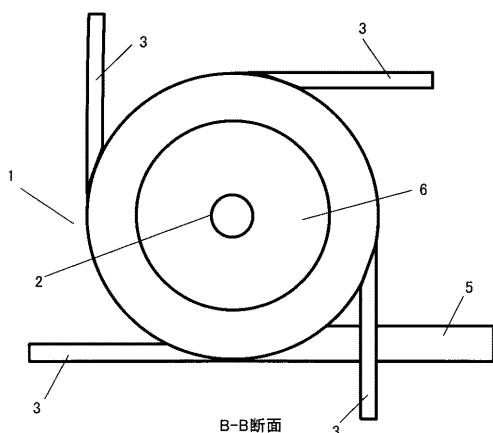
【 四 7 】



【図9】



【図10】



フロントページの続き

(72)発明者 小堀 尚邦
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 竹中 浩二
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 大津 剛
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 萩原 純一
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

(72)発明者 伊藤 大祐
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 金井 康護
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 川北 邦彦
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 野田 定文

(56)参考文献 特開2010-134262(JP, A)
特開昭62-132533(JP, A)
特開昭57-12292(JP, A)
特開昭59-125740(JP, A)
特開昭59-127662(JP, A)
特許第5414507(JP, B2)
特許第5479072(JP, B2)
特許第5641959(JP, B2)
特許第5773769(JP, B2)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G 03 G	9 / 00	-	9 / 16
B 01 J	2 / 00	-	2 / 16
B 01 J	19 / 00		