

(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2014-178496

(P2014-178496A)

(43) 公開日 平成26年9月25日(2014.9.25)

| (51) Int.Cl. | F I | テーマコード (参考) |
|-----------------------------|---------------|-------------|
| G03G 9/08 (2006.01) | G03G 9/08 372 | 2H500 |
| G03G 9/087 (2006.01) | G03G 9/08 375 | |
| | G03G 9/08 331 | |
| | G03G 9/08 365 | |
| | G03G 9/08 | |

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 26 頁)

(21) 出願番号 特願2013-52510 (P2013-52510)
 (22) 出願日 平成25年3月14日 (2013.3.14)

(71) 出願人 000006747
 株式会社リコー
 東京都大田区中馬込1丁目3番6号
 (74) 代理人 100107766
 弁理士 伊東 忠重
 (74) 代理人 100070150
 弁理士 伊東 忠彦
 (72) 発明者 佐藤 智行
 東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式
 会社リコー内
 (72) 発明者 草原 輝樹
 東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式
 会社リコー内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 トナー、現像剤及び画像形成装置

(57) 【要約】

【課題】本発明の一実施形態は、フィルミング、トナーの飛散及び黒斑点の発生を抑制することが可能なトナーを提供することを目的とする。

【解決手段】本発明の一実施形態は、トナーにおいて、結着樹脂及び離型剤を含む母体粒子の表面に、無機化合物及び脂肪酸金属塩が付着しており、無機化合物は、疎水性シリカを含み、脂肪酸金属塩の遊離率が30%以上80%以下であり、遠心力により加圧した後の凝集体の含有量が0.15質量%以下である。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

結着樹脂及び離型剤を含む母体粒子の表面に、無機化合物及び脂肪酸金属塩が付着しており、

前記無機化合物は、疎水性シリカを含み、

前記脂肪酸金属塩の遊離率が30%以上80%以下であり、

遠心力により加圧した後の凝集体の含有量が0.15質量%以下であることを特徴とするトナー。

【請求項 2】

前記結着樹脂は、非結晶性ポリエステル及び結晶性ポリエステルを含むことを特徴とする請求項1に記載のトナー。

10

【請求項 3】

前記無機化合物の被覆率が50%以上85%以下であることを特徴とする請求項1又は2に記載のトナー。

【請求項 4】

前記母体粒子に対する前記脂肪酸金属塩の質量比が 5.0×10^{-4} 以上 4.0×10^{-3} 以下であることを特徴とする請求項1乃至3のいずれか一項に記載のトナー。

【請求項 5】

前記脂肪酸金属塩は、ステアリン酸亜鉛であることを特徴とする請求項1乃至4のいずれか一項に記載のトナー。

20

【請求項 6】

請求項1乃至5のいずれか一項に記載のトナーを有することを特徴とする現像剤。

【請求項 7】

感光体と、

該感光体に静電潜像を形成する静電潜像形成手段と、

該感光体に形成された静電潜像を、請求項6に記載の現像剤を用いて、現像してトナー像を形成する現像手段と、

該感光体に形成されたトナー像を記録媒体に転写する転写手段と、

該トナー像が転写された感光体に残留したトナーを除去するクリーニング手段を有し、

該クリーニング手段は、クリーニングブレードを有することを特徴とする画像形成装置

30

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明の一実施形態は、トナー、現像剤及び画像形成装置に関する。

【背景技術】**【0002】**

近年、電子写真方式の画像形成技術分野では、画質の高いカラー画像形成装置の開発競争が激化している。このため、トナーの小粒径化が進み、静電潜像を忠実に再現することが検討されている。

40

【0003】

一方、クリーニングブレードを用いて、粒径が小さいトナーを除去すると、クリーニング性が低下することが知られている。具体的には、所定の圧力で接触しているクリーニングブレードと感光体の間を粒径が小さいトナーがすり抜けて、クリーニング不良が発生する。ここで、クリーニング不良の発生を抑制するために、クリーニングブレードの圧力を大きくすると、フィルミングが発生するという問題がある。

【0004】

そこで、母体粒子の表面に、クリーニング性向上剤としての脂肪酸金属塩が付着しているトナーが知られている。

【0005】

50

特許文献 1 に、結着樹脂及び着色剤を少なくとも含有するトナー粒子と脂肪酸金属塩を有するトナーが開示されている。このとき、脂肪酸金属塩は、体積基準におけるメジアン径 (D_{50s}) が $0.15 \mu\text{m}$ 以上 $0.65 \mu\text{m}$ 以下である粒子からなり、トナーは、脂肪酸金属塩の遊離率が 1.0% 以上 25.0% 以下である。

【0006】

しかしながら、トナーの飛散及び黒斑点が発生するという問題がある。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明の一実施形態は、上記従来技術が有する問題に鑑み、フィルミング、トナーの飛散及び黒斑点の発生を抑制することが可能なトナーを提供することを目的とする。

10

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明の一実施形態は、トナーにおいて、結着樹脂及び離型剤を含む母体粒子の表面に、無機化合物及び脂肪酸金属塩が付着しており、前記無機化合物は、疎水性シリカを含み、前記脂肪酸金属塩の遊離率が 30% 以上 80% 以下であり、遠心力により加圧した後の凝集体の含有量が 0.15 質量% 以下である。

【発明の効果】

【0009】

本発明の一実施形態によれば、フィルミング、トナーの飛散及び黒斑点の発生を抑制することが可能なトナーを提供することができる。

20

【発明を実施するための形態】

【0010】

次に、本発明を実施するための形態を説明する。

【0011】

トナーは、結着樹脂及び離型剤を含む母体粒子の表面に、無機化合物及び脂肪酸金属塩が付着しており、無機化合物は、疎水性シリカを含む。

【0012】

トナーの脂肪酸金属塩の遊離率は、 $30\sim 80\%$ であり、 $50\sim 70\%$ であることが好ましい。トナーの脂肪酸金属塩の遊離率が 30% 未満であると、トナー飛散が発生し、 80% を超えると、フィルミングが発生する。

30

【0013】

トナーの脂肪酸金属塩の遊離率が 30% 未満になるように、脂肪酸金属塩を母体粒子に強く付着させると、脂肪酸金属塩がトナーの帯電性及び流動性に影響を及ぼし、トナー飛散が発生すると考えられる。そこで、トナーの脂肪酸金属塩の遊離率が $30\sim 80\%$ になるように、脂肪酸金属塩を母体粒子に付着させると、トナーの帯電性を損ねることなく、脂肪酸金属塩の潤滑作用を発揮することができ、さらには流動性も保持することができる。一方、トナーの脂肪酸金属塩の遊離率が 80% 以上になるように、脂肪酸金属塩を母体粒子に弱く付着させると、脂肪酸金属塩がトナー中で偏在し、フィルミングが発生すると考えられる。

40

【0014】

なお、脂肪酸金属塩の遊離率は、脂肪酸金属塩の種類、添加量、母体粒子と脂肪酸金属塩を混合する条件、母体粒子と、無機金属化合物及び脂肪酸金属塩を混合する順序等により、調整することができる。

【0015】

遠心力により加圧した後のトナー中の凝集体の含有量は、 0.15 質量% 以下であり、 0.12 質量% 以下であることが好ましい。遠心力により加圧した後のトナー中の凝集体の含有量が 0.15 質量% を超えると、黒斑点が発生する。

【0016】

脂肪酸金属塩は、クリーニング性向上剤として用いられる。

50

【0017】

脂肪酸金属塩の体積平均粒径は、通常、2 μm以上である。脂肪酸金属塩の体積平均粒径が2 μmを超えると、トナーの脂肪族金属塩の遊離率が30%未満になることがある。

【0018】

脂肪酸金属塩を構成する脂肪酸としては、特に限定されないが、酪酸、吉草酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、モンタン酸等の一価の飽和脂肪酸、アジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバシン酸等の多価の飽和脂肪酸、クロトン酸、オレイン酸等の一価の不飽和脂肪酸、マレイン酸、シトラコン酸等の多価の不飽和脂肪酸が挙げられ、二種以上併用してもよい。中でも、炭素数が8～35の飽和又は不飽和の脂肪酸が好ましく、ステアリン酸が特に好ましい。

10

【0019】

脂肪酸金属塩を構成する金属としては、特に限定されないが、リチウム、ナトリウム、カリウム、銅、ルビニウム、銀、亜鉛、マグネシウム、カルシウム、ストロンチウム、アルミニウム、鉄、コバルト、ニッケル等が挙げられ、二種以上併用してもよい。中でも、亜鉛、マグネシウム、カルシウム、アルミニウムが好ましく、亜鉛が特に好ましい。

【0020】

ステアリン酸亜鉛は、劈開性を有し、クリーニングブレードと感光体の摩擦を低減する効果が高いため、少量の添加でフィルミングの発生を抑制することができる。

【0021】

無機化合物は、流動性付与剤として用いられる。

20

【0022】

無機化合物としては、特に限定されないが、シリカ、アルミナ、酸化チタン、チタン酸バリウム、チタン酸マグネシウム、チタン酸カルシウム、チタン酸ストロンチウム、酸化亜鉛、酸化スズ、ケイ砂、クレー、雲母、ケイ灰石、ケイソウ土、酸化クロム、酸化セリウム、ベンガラ、三酸化アンチモン、酸化マグネシウム、酸化ジルコニウム、硫酸バリウム、炭酸バリウム、炭酸カルシウム、炭化ケイ素、窒化ケイ素等が挙げられ、二種以上併用してもよい。

【0023】

無機化合物の平均一次粒径は、通常、5 nm～2 μmであり、5～500 nmであることが好ましい。

30

【0024】

トナー中の無機化合物の含有量は、通常、0.01～5.0質量%であり、0.01～2.0質量%であることが好ましい。

【0025】

無機化合物は、疎水化処理剤により表面処理されていることが好ましい。これにより、無機化合物の疎水性が向上し、高湿度下においても流動性や帯電性の低下を抑制することができる。

【0026】

疎水化処理剤としては、特に限定されないが、シランカップリング剤、シリル化剤、フッ化アルキル基を有するシランカップリング剤、有機チタネート系カップリング剤、アルミニウム系のカップリング剤、シリコンオイル、変性シリコンオイル等が挙げられ、二種以上併用してもよい。

40

【0027】

なお、疎水化処理剤により表面処理されているシリカを疎水性シリカという。

【0028】

トナーの無機化合物の被覆率は、通常、50～80%であり、65～75%であることが好ましい。トナーの無機化合物の被覆率が50%未満であると、トナー固着が発生することがあり、90%を超えると、トナーの低温定着性が低下することがある。

【0029】

結着樹脂としては、特に限定されないが、ポリエステル、スチレン系単量体、アクリル

50

系単量体、メタクリル系単量体等の単独重合体又は共重合体、ポリオール樹脂、フェノール樹脂、シリコン樹脂、ポリウレタン、ポリアミド、フラン樹脂、エポキシ樹脂、キシレン樹脂、テルペン樹脂、クマロンインデン樹脂、ポリカーボネート、石油系樹脂等が挙げられ、二種以上併用してもよい。中でも、低温定着性に優れることから、非結晶性ポリエステル及び結晶性ポリエステルの併用が好ましい。

【0030】

非結晶性ポリエステルは、多価アルコールと多価カルボン酸を脱水縮合することにより合成することができる。

【0031】

多価アルコールとしては、特に限定されないが、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、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、水素化ビスフェノールA、ビスフェノールAにエチレンオキシド、プロピレンオキシド等の環状エーテルを付加することにより得られる2価のアルコール等が挙げられる。

10

【0032】

なお、ポリエステルの架橋するために、ソルビトール、1,2,3,6-ヘキサンテトラール、1,4-ソルビタン、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、1,2,4-ブタントリオール、1,2,5-ブタントリオール、グリセロール、2-メチルプロパントリオール、2-メチル-1,2,4-ブタントリオール、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、1,3,5-トリヒドロキシベンゼン等の3価以上のアルコールを併用することが好ましい。

20

【0033】

多価カルボン酸としては、特に限定されないが、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸等のベンゼンジカルボン酸類、コハク酸、アジピン酸、セバシン酸、アゼライン酸等のアルキルジカルボン酸類、マレイン酸、シトラコン酸、イタコン酸、アルケニルコハク酸、フマル酸、メサコン酸等の不飽和二塩基酸、トリメット酸、ピロメット酸、1,2,4-ベンゼントリカルボン酸、1,2,5-ベンゼントリカルボン酸、2,5,7-ナフタレントリカルボン酸、1,2,4-ナフタレントリカルボン酸、1,2,4-ブタントリカルボン酸、1,2,5-ヘキサントリカルボン酸、1,3-ジカルボキシ-2-メチル-2-メチレンカルボキシプロパン、テトラキス(メチレンカルボキシ)メタン、1,2,7,8-オクタンテトラカルボン酸、エンポール三量体酸等が挙げられる。

30

【0034】

なお、多価カルボン酸の代わりに、多価カルボン酸の無水物、部分低級アルキルエステル等を用いてもよい。

【0035】

非結晶性ポリエステルは、通常、分子量が3000~50000の領域に少なくとも1つのピークを有し、分子量が5000~20000の領域に少なくとも1つのピークを有することが好ましい。これにより、トナーの定着性及び耐オフセット性を向上させることができる。

40

【0036】

非結晶性ポリエステル中の分子量が100000以下である成分の含有量は、通常、60質量%以上である。

【0037】

なお、非結晶性ポリエステルの分子量は、THFを展開溶媒とするゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)により測定されるポリスチレン換算の分子量である。

【0038】

非結晶性ポリエステルのガラス転移温度は、通常、45~80 であり、50~75 であることが好ましい。これにより、トナーの耐熱保存性及び低温定着性を向上させることができる。

50

【0039】

結晶性ポリエステルを合成する際に用いるアルコール成分としては、特に限定されないが、炭素数が2～12の飽和脂肪族ジオール化合物（例えば、1,4-ブタンジオール、1,6-ヘキサジオール、1,8-オクタンジオール、1,10-デカンジオール、1,12-ドデカンジオール）及びこれらの誘導体等が挙げられる。中でも、吸熱ピーク温度と吸熱ショルダー温度の差を小さくできる点で、1,4-ブタンジオール、1,6-ヘキサジオール、1,8-オクタンジオール、1,10-デカンジオール、1,12-ドデカンジオールが好ましい。

【0040】

結晶性ポリエステルを合成する際に用いる酸性分としては、特に限定されないが、炭素-炭素二重結合を有する炭素数が2～12のジカルボン酸（例えば、フマル酸）、炭素数が2～12の飽和ジカルボン酸（例えば、1,4-ブタン二酸、1,6-ヘキサン二酸、1,8-オクタン二酸、1,10-デカン二酸、1,12-ドデカン二酸）及びこれらの誘導体等が挙げられる。中でも、吸熱ピーク温度と吸熱ショルダー温度の差を小さくできる点で、フマル酸、1,4-ブタン二酸、1,6-ヘキサン二酸、1,8-オクタン二酸、1,10-デカン二酸、1,12-ドデカン二酸が好ましい。

10

【0041】

結晶性ポリエステルの結晶性及び軟化点を制御する方法としては、アルコール成分として、グリセリン等の3価以上の多価アルコールを添加したり、酸成分として、無水トリメリット酸等の3価以上の多価カルボン酸を添加したりして重縮合する方法等が挙げられる。

20

【0042】

結晶性ポリエステルの分子構造は、溶液や固体におけるNMR測定、X線回折、GC/MS、LC/MS、IR測定等により確認することができる。簡便には、赤外線吸収スペクトルにおいて、 $965 \pm 10 \text{ cm}^{-1}$ 又は $990 \pm 10 \text{ cm}^{-1}$ にオレフィンのCH（面外変角振動）に基づく吸収により、結晶性ポリエステルの分子構造を確認することができる。

【0043】

結晶性ポリエステルは、横軸を分子量(M)の常用対数 $\log M$ 、縦軸を質量%とする分子量分布図のピーク位置が3.5～4.0の範囲にあり、ピークの半値幅が1.5以下であることが好ましい。これにより、トナーの低温定着性及び耐熱保存性を向上させることができる。

30

【0044】

結晶性ポリエステルの重量平均分子量(M_w)は、通常、3000～30000であり、5000～15000であることが好ましい。

【0045】

結晶性ポリエステルの数平均分子量(M_n)は、通常、1000～10000であり、2000～10000であることが好ましい。

【0046】

結晶性ポリエステルの M_w/M_n は、通常、1～10であり、1～5であることが好ましい。

40

【0047】

なお、結晶性ポリエステルの分子量は、o-ジクロロベンゼンを展開溶媒とするGPCにより測定されるポリスチレン換算の分子量である。

【0048】

結晶性ポリエステルの酸価は、通常、5mg KOH/g以上であり、10mg KOH/g以上であることが好ましい。これにより、トナーの低温定着性を向上させることができる。一方、結晶性ポリエステルの酸価は、通常、45mg KOH/g以下である。これにより、トナーの耐ホットオフセット性を向上させることができる。

【0049】

50

結晶性ポリエステルの水酸基価は、通常、0～50 mg KOH / g であり、5～50 mg KOH / g であることが好ましい。これにより、トナーの低温定着性及び帯電性を向上させることができる。

【0050】

トナー中の結晶性ポリエステルの含有量は、通常、3～25質量%であり、5～15質量%であることが好ましい。トナー中の結晶性ポリエステルの含有量が3質量%未満であると、トナーの低温定着性が低下することがあり、25質量%を超えると、トナーの耐熱保存性が低下することがある。

【0051】

トナーは、離型剤及び着色剤を含むことが好ましい。

10

【0052】

離型剤としては、特に限定されないが、植物系ワックス（例えば、カルナバワックス、綿口ウ、木口ウ、ライスワックス）、動物系ワックス（例えば、ミツロウ、ラノリン）、鉱物系ワックス（例えば、オゾケライト、セルシン）、石油ワックス（例えば、パラフィン、マイクロクリスタリン、ペトロラタム）等のロウ類及びワックス類；合成炭化水素ワックス（例えば、フィッシャー・トロプシュワックス、ポリエチレンワックス）、合成ワックス（例えば、エステル、ケトン、エーテル）等の天然ワックス以外のもの；1,2-ヒドロキシステアリン酸アミド、ステアリン酸アミド、無水フタル酸イミド等の脂肪酸アミド；ポリアクリレートの単独重合体（例えば、ポリメタクリル酸 n - ステアリル、ポリメタクリル酸 n - ラウリル）、ポリアクリレートの共重合体（例えば、アクリル酸 n - ステアリル - メタクリル酸エチル共重合体）等の側鎖に長鎖アルキル基を有する結晶性高分子等が挙げられ、二種以上併用してもよい。中でも、結晶性ポリエステルとの相溶性が低く、互いの機能を損なうことなく独立して作用することができるため、パラフィン、ポリエチレン、ポリプロピレン等の炭化水素系ワックスが好ましい。

20

【0053】

着色剤としては、染料又は顔料であれば、特に限定されないが、カーボンブラック、ニグロシン染料、鉄黒、ナフトールイエロー S、ハンザイエロー（10 G、5 G、G）、カドミウムイエロー、黄色酸化鉄、黄土、黄鉛、チタン黄、ポリアゾイエロー、オイルイエロー、ハンザイエロー（GR、A、RN、R）、ピグメントイエロー L、ベンジジンイエロー（G、GR）、パーマネントイエロー（NCG）、バルカンファストイエロー（5 G、R）、タートラジンレーキ、キノリンイエローレーキ、アンストラザンイエロー BGL、イソインドリノンイエロー、ベンガラ、鉛丹、鉛朱、カドミウムレッド、カドミウムマーキュリレッド、アンチモン朱、パーマネントレッド 4 R、バラレッド、ファイセーレッド、パラクロロオルトニトロアニリンレッド、リソールファストスカーレット G、プリリアントファストスカーレット、プリリアントカーミン BS、パーマネントレッド（F2R、F4R、FRL、FRL L、F4RH）、ファストスカーレット VD、ベルカンファストルピン B、プリリアントスカーレット G、リソールルピン GX、パーマネントレッド F5R、プリリアントカーミン 6 B、ピグメントスカーレット 3 B、ボルドー 5 B、トルイジンマルーン、パーマネントボルドー F2K、ヘリオボルドー BL、ボルドー 10 B、ボンマルーンライト、ボンマルーンメジウム、エオシンレーキ、ローダミンレーキ B、ローダミンレーキ Y、アリザリンレーキ、チオインジゴレッド B、チオインジゴマルーン、オイルレッド、キナクリドンレッド、ピラゾロンレッド、ポリアゾレッド、クロムパーミリオン、ベンジジンオレンジ、ペリノンオレンジ、オイルオレンジ、コバルトブルー、セルリアンブルー、アルカリブルーレーキ、ピーコックブルーレーキ、ピクトリアブルーレーキ、無金属フタロシアニンプルー、フタロシアニンプルー、ファストスカイブルー、インダンスレンブルー（RS、BC）、インジゴ、群青、紺青、アントラキノンブルー、ファストバイオレット B、メチルバイオレットレーキ、コバルト紫、マンガン紫、ジオキサニルバイオレット、アントラキノンバイオレット、クロムグリーン、ジंकグリーン、酸化クロム、ピリジアン、エメラルドグリーン、ピグメントグリーン B、ナフトールグリーン B、グリーンゴールド、アシッドグリーンレーキ、マラカイトグリーンレーキ、フタロシア

30

40

50

ニングリーン、アントラキノングリーン、酸化チタン、亜鉛華、リトボン等が挙げられ、二種以上併用してもよい。

【0054】

トナー中の着色剤の含有量は、通常、1～15質量%であり、3～10質量%であることが好ましい。トナー中の着色剤の含有量が1質量%未満であると、トナーの着色力が低下することがあり、15質量%を超えると、トナー中で顔料の分散不良が起こり、着色力が低下すると共に、トナーの電気特性が低下することがある。

【0055】

顔料は、樹脂と複合化して、マスターバッチとして使用してもよい。

【0056】

樹脂としては、特に限定されないが、ポリエステル、スチレン又はその置換体の重合体、スチレン系共重合体、ポリメタクリル酸メチル、ポリメタクリル酸ブチル、ポリ塩化ビニル、ポリ酢酸ビニル、ポリエチレン、ポリプロピレン、エポキシ樹脂、エポキシポリオール樹脂、ポリウレタン、ポリアミド、ポリビニルブチラール、ポリアクリル酸、ロジン、変性ロジン、テルペン樹脂、脂肪酸炭化水素樹脂、脂環族炭化水素樹脂、芳香族系石油樹脂等が挙げられ、二種以上併用してもよい。

【0057】

スチレン又はその置換体の重合体としては、ポリスチレン、ポリ(p-クロロスチレン)、ポリビニルトルエン等が挙げられる。

【0058】

スチレン系共重合体としては、スチレン-p-クロロスチレン共重合体、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-ビニルナフタレン共重合体、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-メタクリル酸メチル共重合体、スチレン-メタクリル酸エチル共重合体、スチレン-メタクリル酸ブチル共重合体、スチレン-p-クロロメタクリル酸メチル共重合体、スチレン-アクリロニトリル共重合体、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-アクリロニトリル-インデン共重合体、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等が挙げられる。

【0059】

マスターバッチは、せん断力を印加して、樹脂と顔料を混合又は混練して製造することができる。この際、顔料と樹脂の相互作用を高めるために、有機溶媒を添加することが好ましい。また、顔料のウェットケーキをそのまま用いることができ、乾燥する必要がないことから、いわゆるフラッシング法を用いることが好ましい。フラッシング法は、顔料の水性ペーストを樹脂と有機溶媒と共に混合又は混練し、顔料を樹脂側に移行させて水及び有機溶媒を除去する方法である。

【0060】

せん断力を印加する際には、三本ロールミル等の高せん断分散装置を用いることができる。

【0061】

トナーは、帯電制御剤、無機粒子、クリーニング性向上剤、磁性材料等をさらに含むことができる。

【0062】

帯電制御剤としては、特に限定されないが、ニグロシン系染料、トリフェニルメタン系染料、クロム含有金属錯体染料、モリブデン酸キレート顔料、ローダミン系染料、アルコキシ系アミン、4級アンモニウム塩(フッ素変性4級アンモニウム塩を含む)、アルキルアミド、リンの単体又は化合物、タングステンの単体又は化合物、フッ素系界面活性剤、サリチル酸の金属塩、サリチル酸誘導体の金属塩、銅フタロシアニン、ペリレン、キナクリドン、アゾ系顔料、スルホン酸基、カルボキシル基、4級アンモニウム塩基等を有する

10

20

30

40

50

高分子化合物等が挙げられ、二種以上併用してもよい。

【0063】

帯電制御剤の市販品としては、ニグロシン系染料のポントロン03、4級アンモニウム塩のポントロンP-51、含金属アゾ染料のポントロンS-34、オキシナフトエ酸系金属錯体のE-82、サリチル酸系金属錯体のE-84、フェノール系縮合物のE-89（以上、オリエント化学工業社製）、4級アンモニウム塩モリブデン錯体のTP-302、TP-415（以上、保土谷化学工業社製）、4級アンモニウム塩のコピーチャージPSY VP2038、トリフェニルメタン誘導体のコピーブルーPR、4級アンモニウム塩のコピーチャージNEG VP2036、コピーチャージNX VP434（以上、ヘキスト社製）、LRA-901、ホウ素錯体であるLR-147（日本カーリット社製）等が挙げられる。

10

【0064】

結着樹脂に対する帯電制御剤の質量比は、通常、0.001~0.1であり、0.002~0.05であることが好ましい。結着樹脂に対する帯電制御剤の質量比が0.001未満であると、トナーの帯電性を制御できなくなることがあり、0.1を超えると、トナーの帯電性が大きくなりすぎ、現像ローラーとの静電的引力が増大し、トナーの流動性が低下したり、画像濃度が低下したりすることがある。

【0065】

磁性材料としては、特に限定されないが、鉄粉、マグネタイト、フェライト等が挙げられる。

20

【0066】

なお、磁性材料は、トナーの色調の点から、白色であることが好ましい。

【0067】

母体粒子の体積平均粒径は、通常、3~7 μm である。

【0068】

母体粒子の個数平均粒径に対する体積平均粒径の比は、通常、1.2以下である。

【0069】

母体粒子の粒径が2 μm 以下である粒子の含有量は、通常、1~10個数%である。

【0070】

なお、母体粒子の粒度分布は、コールターカウンター法を用いて測定することができる。

30

【0071】

母体粒子の製造方法としては、特に限定されないが、混練・粉砕法、重合法、溶解懸濁法、噴霧造粒法等が挙げられる。中でも、粒径や形状を制御しやすいことから、溶解懸濁法、重合法が好ましい。

【0072】

混練・粉砕法としては、結着樹脂及び離型剤を含む組成物を混合し、溶融混練した後、粉砕し、分級する方法等が挙げられる。

【0073】

組成物を溶融混練する際に用いる溶融混練機としては、特に限定されないが、一軸又は二軸の連続混練機や、ロールミルによるバッチ式混練機等が挙げられる。

40

【0074】

溶融混練機の市販品としては、KTK型二軸押出機（神戸製鋼所社製）、TEM型押出機（東芝機械社製）、二軸押出機（ケイシーケイ社製）、PCM型二軸押出機（池貝鉄工所社製）、コニーダー（ブス社製）等が挙げられる。

【0075】

溶融混練した組成物を粉砕する際には、粗粉砕した後、微粉砕することが好ましい。

【0076】

溶融混練した組成物を粉砕する方法としては、特に限定されないが、ジェット気流中で衝突板に衝突させて粉砕したり、ジェット気流中で粒子同士を衝突させて粉砕したり、機

50

械的に回転するローターとステーターの狭いギャップで粉碎する方法等が挙げられる。

【0077】

粉碎した組成物を分級する方法としては、特に限定されないが、サイクロン、デカンター、遠心分離器等により、微粒子を除去する方法等が挙げられる。

【0078】

なお、分級した組成物を気流中で遠心力等によりさらに分級してもよい。

【0079】

重合法としては、イソシアネート基を有するポリエステルプレポリマー及び離型剤を含む組成物が有機溶媒中に溶解又は分散している液を水系媒体中に分散させた後、有機溶媒を除去する方法等が挙げられる。

10

【0080】

イソシアネート基を有するポリエステルプレポリマーは、水酸基を有するポリエステルと多価イソシアネートを反応させることにより合成することができる。

【0081】

多価イソシアネートのイソシアネート基と、水酸基を有するポリエステルの水酸基のモル比 $[NCO]/[OH]$ は、通常、1~5であり、1.2~4であることが好ましく、1.5~2.5であることがさらに好ましい。

【0082】

イソシアネート基を有するポリエステルプレポリマーとアミン類を反応させることにより、ウレア変性ポリエステルが生成する。これにより、トナーの低温定着性及び耐ホットオフセット性を向上させることができる。

20

【0083】

多価イソシアネートとしては、特に限定されないが、脂肪酸多価イソシアネート（例えば、テトラメチレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、2,6-ジイソシアナトメチルカプロエート）、脂環式ポリイソシアネート（例えば、イソホロンジイソシアネート、シクロヘキシルメタンジイソシアネート）、芳香族ジイソシアネート（例えば、トリレンジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネート）、芳香脂肪酸ジイソシアネート（例えば、 α,ω - ω' -テトラメチルキシリレンジイソシアネート）等が挙げられ、二種以上併用してもよい。

【0084】

なお、多価イソシアネートの代わりに、多価イソシアネートをフェノール誘導体、オキシム、カプロラクタム等でブロックしたものをを用いてもよい。

30

【0085】

イソシアネート基を有するポリエステルプレポリマーが有するイソシアネート基数の平均値は、通常、1個以上であり、1.5~3個であることが好ましく、1.8~2.5個であることがさらに好ましい。

【0086】

アミン類としては、特に限定されないが、2価のアミン化合物、3価以上のアミン、アミノアルコール、アミノメルカプタン、アミノ酸等が挙げられる。

【0087】

2価のアミンとしては、芳香族ジアミン（例えば、フェニレンジアミン、ジエチルトルエンジアミン、4,4'-ジアミノジフェニルメタン）、脂環式ジアミン（例えば、4,4'-ジアミノ-3,3'-ジメチルジシクロヘキシルメタン、ジアミンシクロヘキサン、イソホロンジアミン）、脂肪酸ジアミン（例えば、エチレンジアミン、テトラメチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン）等が挙げられる。

40

【0088】

3価以上のアミンとしては、ジエチレントリアミン、トリエチレントトラミン等が挙げられる。

【0089】

アミノアルコールとしては、エタノールアミン、ヒドロキシエチルアニリン等が挙げら

50

れる。

【0090】

アミノメルカプタンとしては、アミノエチルメルカプタン、アミノプロピルメルカプタン等が挙げられる。

【0091】

アミノ酸としては、アミノプロピオン酸、アミノカプロン酸等が挙げられる。

【0092】

中でも、2価のアミン、2価のアミンと少量の3価以上のアミンの混合物が好ましい。

【0093】

なお、アミン類の代わりに、アミン類とケトン類（例えば、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン）から得られるケチミン化合物、オキサゾリジン化合物等を用いてもよい。

10

【0094】

イソシアネート基を有するポリエステルプレポリマーのイソシアネート基と、アミン類のアミノ基 $[NH_x]$ のモル比 $[NCO]/[NH_x]$ は、通常、 $1/2 \sim 2$ であり、 $2/3 \sim 3/2$ であることが好ましく、 $6/5 \sim 6/5$ であることがさらに好ましい。

【0095】

有機溶媒としては、特に限定されないが、酢酸エチル、酢酸ブチル、メトキシブチルアセテート、メチルセロソルブアセテート、エチルセロソルブアセテート等のエステル系溶媒、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン、エチルセロソルブ、ブチルセロソルブ、プロピレングリコールモノメチルエーテル等のエーテル系溶媒、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、ジ-n-ブチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン系溶媒、メタノール、エタノール、n-プロパノール、イソプロパノール、n-ブタノール、イソブタノール、t-ブタノール、2-エチルヘキシルアルコール、ベンジルアルコール等のアルコール系溶媒等が挙げられ、二種以上併用してもよい。

20

【0096】

水系媒体としては、特に限定されないが、水、水と混和することが可能な溶媒と水の混合物等が挙げられる。中でも、水が好ましい。

【0097】

水と混和することが可能な溶媒としては、特に限定されないが、アルコール、ジメチルホルムアミド、テトラヒドロフラン、セルソルブ類、低級ケトン類等が挙げられ、二種以上併用してもよい。

30

【0098】

アルコールとしては、メタノール、イソプロパノール、エチレングリコール等が挙げられる。

【0099】

低級ケトン類としては、アセトン、メチルエチルケトン等が挙げられる。

【0100】

母体粒子と、無機化合物及び脂肪酸金属塩を混合する方法としては、特に限定されないが、高速流動式混合機を用いて混合する方法等が挙げられる。

40

【0101】

現像剤は、前述のトナーを有するが、キャリアをさらに有してもよく、一成分現像剤又は二成分現像剤等として、用いることができる。

【0102】

二成分現像剤中のキャリアの含有量は、通常、 $90 \sim 98$ 質量%であり、 $93 \sim 97$ 質量%であることが好ましい。

【0103】

キャリアは、芯材の表面に、樹脂を含む保護層が形成されていることが好ましい。

【0104】

芯材を構成する材料としては、特に限定されないが、質量磁化率が $50 \sim 90 \text{ emu /}$

50

gのマンガン - ストロチウム (Mn - Sr)系材料、マンガン - マグネシウム (Mn - Mg)系材料等が挙げられ、二種以上併用してもよい。

【0105】

なお、画像濃度を確保する点で、芯材として、質量磁化率が100emu/g以上の鉄、質量磁化率が75~120emu/gのマグネタイト等の高磁化材料を用いることが好ましい。

【0106】

また、トナーが穂立ち状態となっている感光体への当たりを弱くすることができ、高画質化に有利である点で、芯材として、質量磁化率が30~80emu/gの銅 - ジンク (Cu - Zn)系材料等の弱磁化材料を用いることが好ましい。

10

【0107】

芯材のメジアン径(D50)は、通常、10~150μmであり、20~80μmであることが好ましい。D50が10μm未満であると、キャリアの粒径分布において、微粉が多くなるため、1粒子当たりの磁化が低下して、キャリアが飛散することがある。一方、D50が150μmを超えると、キャリアの比表面積が低下して、トナーが飛散することがある。

【0108】

保護層に含まれる樹脂としては、特に限定されないが、アミノ系樹脂、ポリビニル系樹脂、ポリスチレン系樹脂、ハロゲン化オレフィン樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、ポリエチレン、ポリフッ化ビニル、ポリフッ化ビニリデン、ポリトリフルオロエチレン、ポリヘキサフルオロプロピレン、フッ化ビニリデンとアクリル単量体の共重合体、フッ化ビニリデンとフッ化ビニルの共重合体、テトラフルオロエチレンとフッ化ビニリデンと非フッ化単量体のターポリマー等のフルオロターポリマー、シリコーン樹脂等が挙げられ、二種以上併用してもよい。

20

【0109】

アミノ系樹脂としては、尿素 - ホルムアルデヒド樹脂、メラミン樹脂、ベンゾグアナミン樹脂、ユリア樹脂、ポリアミド樹脂、エポキシ樹脂等が挙げられる。

【0110】

ポリビニル系樹脂としては、アクリル樹脂、ポリメタクリル酸メチル、ポリアクリロニトリル、ポリ酢酸ビニル、ポリビニルアルコール、ポリビニルブチラール等が挙げられる。

30

【0111】

ポリスチレン系樹脂としては、ポリスチレン、スチレン - アクリル共重合体等が挙げられる。

【0112】

ハロゲン化オレフィン樹脂としては、ポリ塩化ビニル等が挙げられる。

【0113】

ポリエステル系樹脂としては、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等が挙げられる。

【0114】

保護層は、必要に応じて、導電粉末等をさらに含んでもよい。

40

【0115】

導電粉末としては、特に限定されないが、金属粉末、カーボンブラック、酸化チタン粉末、酸化スズ粉末、酸化亜鉛粉末等が挙げられる。

【0116】

導電粉の平均粒径は、通常、1μm以下である。導電粉の平均粒径が1μmを超えると、電気抵抗の制御が困難になることがある。

【0117】

保護層は、樹脂を有機溶媒に溶解させて塗布液を芯材の表面に塗布した後、焼き付けることにより形成することができる。

50

【0118】

有機溶媒としては、特に限定されないが、トルエン、キシレン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、セルソルブチルアセテート等が挙げられる。

【0119】

塗布液の塗布方法としては、特に限定されないが、浸漬法、スプレー法、ハケ塗り法等が挙げられる。

【0120】

焼き付ける方法としては、外部加熱方式及び内部加熱方式のいずれであってもよく、固定式電気炉、流動式電気炉、ロータリー式電気炉、パーナー炉等を用いる方法、マイクロ波を用いる方法等が挙げられる。

10

【0121】

キャリア中の保護層の含有量は、通常、0.01～5質量%である。キャリア中の保護層の含有量が0.01質量%未満であると、芯材の表面に保護層を均一に形成できないことがあり、5質量%を超えると、保護層が厚くなり過ぎてキャリア同士が合一して、均一なキャリアを製造できないことがある。

【0122】

現像剤は、磁性一成分現像方式、非磁性一成分現像方式、二成分現像方式等の公知の画像形成装置に適用することができる。

【実施例】

【0123】

以下、実施例により本発明をさらに説明するが、本発明は、実施例に限定されない。なお、部は、質量部を意味する。

20

【0124】

(母体粒子1の作製)

～結晶性ポリエステル1の合成～

窒素導入管、脱水管、攪拌器及び熱電対を装備した反応容器に、1,10-デカン二酸2300部、1,8-オクタンジオール2530部及びヒドロキノン4.9部を入れた後、180で8時間反応させた。次に、215に昇温して3時間反応させた後、8.3kPaの減圧下で2時間反応させて、結晶性ポリエステル1を得た。結晶性ポリエステル1は、融点が70、重量平均分子量が13000、数平均分子量が3200であった。

30

【0125】

～非結晶性ポリエステル1の合成～

窒素導入管、脱水管、攪拌器及び熱電対を装備した反応容器に、ビスフェノールAのエチレンオキシドサイド2モル付加物229部、ビスフェノールAのプロピレンオキシド3モル付加物529部、イソフタル酸100部、テレフタル酸108部、アジピン酸46部及びジブチルスズオキシド2部を入れた後、220で8時間反応させた。次に、10～15mmHgの減圧下で5時間反応させた後、無水トリメリット酸30部を加え、180で3時間反応させて、非結晶性ポリエステル1を得た。非結晶性ポリエステル1は、数平均分子量が1600、重量平均分子量が4800、ガラス転移点が55、酸価が17mgKOH/gであった。

40

【0126】

～ポリエステルプレポリマー1の合成～

冷却管、攪拌機及び窒素導入管を装備した反応容器に、ビスフェノールAのエチレンオキシド2モル付加物682部、ビスフェノールAのプロピレンオキシド2モル付加物81部、テレフタル酸283部、無水トリメリット酸22部及びジブチルスズオキシド2部を入れた後、230で8時間反応させた。次に、10～15mmHgの減圧下で5時間反応させて、水酸基を有するポリエステルを得た。水酸基を有するポリエステルは、数平均分子量が2100、重量平均分子量が9500、ガラス転移点が55、酸価が0.5mgKOH/g、水酸基価が51mgKOH/gであった。

50

【0127】

次に、冷却管、攪拌機及び窒素導入管を装備した反応容器に、水酸基を有するポリエステル410部、イソホロンジイソシアネート89部、酢酸エチル500部を入れた後、100で5時間反応させて、ポリエステルプレポリマー1を得た。ポリエステルプレポリマー1は、遊離イソシアネートが1.53質量%であった。

【0128】

～ケチミンの合成～

攪拌棒及び温度計を装備した反応容器に、イソホロンジアミン170部及びメチルエチルケトン75部を入れた後、50で5時間反応させて、ケチミン1を得た。ケチミン1は、アミン価が418mg KOH/gであった。

10

【0129】

～マスターバッチ1の作製～

水1200部、Pigment Blue 15、3（大日精化社製）540部、1200部の非結晶ポリエステル1を、ヘンシェルミキサー（三井鉱山社製）を用いて混合した後、2本ロールを用いて80で30分間混練した。次に、圧延冷却した後、パルペライザーを用いて粉碎して、マスターバッチ1を得た。

【0130】

～顔料・WAX分散液1の調製～

攪拌棒及び温度計を装備した容器に、378部の非結晶性ポリエステル1、離型剤HN P-51（日本精蠟社製）110部、帯電制御剤サリチル酸金属錯体E-84（オリエン化学工業社製）22部及び酢酸エチル947部を入れた後、80まで昇温して、5時間保持し、1時間で30まで冷却した。次に、500部のマスターバッチ1及び酢酸エチル500部を加えた後、1時間混合して、原料混合液1を得た。

20

【0131】

1324部の原料混合液1を容器に移した後、ビーズミルのウルトラビスコミル（アイメックス社製）を用いて、送液速度を1kg/h、ディスクの周速度を6m/sとして、直径が0.5mmのジルコニアビーズを80体積%充填して、3パスの条件で分散させた。次に、非結晶性ポリエステル1の65質量%酢酸エチル溶液1042.3部を加えた後、ビーズミルのウルトラビスコミル（アイメックス社製）を用いて、上記の条件で1パスして、顔料・WAX分散液1を得た。顔料・WAX分散液1は、固形分濃度（130、30min）が50質量%であった。

30

【0132】

～結晶性ポリエステル1の分散液の調製～

金属製の2L容器に、100gの結晶性ポリエステル1及び酢酸エチル400gを入れた後、75まで昇温し、氷水浴中で27/minで急冷した。次に、直径が3mmのガラスビーズ500mLを加えた後、バッチ式サンドミル装置（カンペハピオ社製）を用いて、10時間粉碎して、結晶性ポリエステル1の分散液を得た。

【0133】

～ビニル系樹脂1の分散液の調製～

攪拌棒及び温度計を装備した反応容器に、水683部、メタクリル酸のエチレンオキサイド付加物の硫酸エステルのナトリウム塩エレミノールRS-30（三洋化成工業社製）11部、スチレン138部、メタクリル酸138部及び過硫酸アンモニウム1部を入れた後、400rpmで15分間攪拌した。次に、75まで昇温して5時間反応させた後、1質量%過硫酸アンモニウム水溶液30部加え、5時間熟成して、ビニル系樹脂1の分散液を得た。レーザ回折/散乱式粒度分布測定装置LA-920（HORIBA社製）を用いて、ビニル系樹脂1の分散液の体積平均粒径を測定したところ、0.14μmであった。

40

【0134】

～水相1の調製～

水990部、ビニル系樹脂1の分散液83部、ドデシルジフェニルエーテルジスルホン

50

酸ナトリウムの48.5質量%水溶液エレミノールMON-7(三洋化成工業社製)37部及び酢酸エチル90部を混合し、水相1を得た。

【0135】

～乳化・脱溶剤～

容器に、664部の顔料・WAX分散液1、109.4部のポリエステルプレポリマー1、結晶性ポリエステル1の分散液73.9部及び4.6部のケチミン1を入れた後、TKホモミキサー(特殊機化社製)を用いて、5000rpmで1分間混合した。次に、1200部の水相1を加えた後、TKホモミキサー(特殊機化社製)を用いて、13000rpmで20分間混合して、乳化スラリーを得た。

【0136】

攪拌機及び温度計を装備した容器に、乳化スラリーを入れた後、30で8時間脱溶剤した。次に、45で4時間熟成させて、分散スラリーを得た。

【0137】

～洗浄・乾燥～

分散スラリー100部を減圧濾過した。次に、濾過ケーキにイオン交換水100部を加え、TKホモミキサー(特殊機化社製)を用いて、12000rpmで10分間混合した後、濾過した。さらに、濾過ケーキに10質量%水酸化ナトリウム水溶液100部を加え、TKホモミキサー(特殊機化社製)を用いて、12000rpmで30分間混合した後、減圧濾過した。次に、濾過ケーキに10質量%塩酸100部を加え、TKホモミキサー(特殊機化社製)を用いて、12000rpmで10分間混合した後、濾過した。さらに、濾過ケーキにイオン交換水300部を加え、TKホモミキサー(特殊機化社製)を用いて、12000rpmで10分間混合した後、濾過する操作を2回繰り返した。

【0138】

循風乾燥機を用いて、濾過ケーキを45で48時間乾燥させた後、目開きが75 μ mのメッシュを用いて篩い、母体粒子1を得た。母体粒子1は、体積平均粒径が5.0 μ m、平均円形度が0.960であった。

【0139】

(母体粒子2の作製)

結晶性ポリエステル1の分散液を添加しなかった以外は、母体粒子1と同様にして、母体粒子2を得た。母体粒子2は、体積平均粒径が5.0 μ m、平均円形度が0.96であった。

【0140】

(母体粒子3の作製)

結晶性ポリエステル1の分散液の添加量を147.8部に変更した以外は、母体粒子1と同様にして、母体粒子3を得た。母体粒子3は、体積平均粒径が5.0 μ m、平均円形度が0.96であった。

【0141】

(母体粒子4の作製)

75部の非結晶ポリエステル1、8部の結晶性ポリエステル1、8部のマスターバッチ1、帯電制御剤サリチル酸金属錯体E-84(オリエント化学社製)3部及び離型剤HN P-51(日本精蠟製)4部を、ヘンシェルミキサーを用いて混合した後、ニーデックス混練機を用いて、表面温度を50に設定して、混練した。次に、圧延冷却した後、粗粉碎した。さらに、ジェットミル方式の粉碎器I-2式ミル(日本ニューマチック工業社製)を用いて微粉碎した後、旋回流による風力分級機DS分級機(日本ニューマチック工業社製)を用いて分級して、母体粒子4を得た。母体粒子4は、体積平均粒径が5.0 μ m、平均円形度が0.93であった。

【0142】

(ステアリン酸亜鉛の合成)

0.5質量%のステアリン酸ナトリウム水溶液を75まで昇温した後、0.5質量%の硫酸亜鉛水溶液を少しずつ加えた。次に、1時間混合した後、20まで冷却し、濾過

10

20

30

40

50

した。さらに、洗浄した後、加熱型真空乾燥機を用いて乾燥させた。さらに、ジェットミルを用いて粉碎した後、エルボージェット分級機を用いて分級し、ステアリン酸亜鉛を得た。ステアリン酸亜鉛は、体積平均粒径が $5.3 \mu\text{m}$ であった。

【0143】

(ステアリン酸カルシウムの合成)

0.5質量%の硫酸亜鉛水溶液の代わりに、0.8質量%の塩化カルシウム水溶液を用いた以外は、ステアリン酸亜鉛と同様にして、ステアリン酸カルシウムを得た。ステアリン酸カルシウムは、体積平均粒径が $6.5 \mu\text{m}$ であった。

【0144】

(体積平均粒径)

コールターマルチサイザーIII(コールター社製)を用いて、体積平均粒径を測定した。このとき、体積分布を出力するインターフェイス(日科技研社製)を介して、PC-9801パーソナルコンピュータ(NEC社製)を接続して、体積分布を測定した。具体的には、まず、電解液ISOTON-III(コールター社製)100~150ml中に、界面活性剤アルキルベンゼンスルホン酸塩0.1~5mlを加えた。次に、試料2~20mgを加えて懸濁させた後、超音波分散機を用いて1~3分間分散させた。さらに、100 μm のアーチャーを用いて、試料の分散液から試料の体積分布を測定し、体積平均粒径を算出した。

【0145】

なお、チャンネルとしては、2.00 μm 以上2.52 μm 未満、2.52 μm 以上3.17 μm 未満、3.17 μm 以上4.00 μm 未満、4.00 μm 以上5.04 μm 未満、5.04 μm 以上6.35 μm 未満、6.35 μm 以上8.00 μm 未満、8.00 μm 以上10.08 μm 未満、10.08 μm 以上12.70 μm 未満、12.70 μm 以上16.00 μm 未満、16.00 μm 以上20.20 μm 未満、20.20 μm 以上25.40 μm 未満、25.40 μm 以上32.00 μm 未満及び32.00 μm 以上40.30 μm 未満の13チャンネルを使用し、粒径が2.00 μm 以上40.30 μm 未満の粒子を測定対象とした。

【0146】

(平均円形度)

フロー式粒子像分析装置FPIA-2100(シスメックス社製)及び解析ソフトFPIA-2100 Data Processing Program for FPIA version 00-10(シスメックス社製)を用いて、平均円形度を測定した。具体的には、ガラス製の100mlビーカーに10質量%界面活性剤(アルキルベンゼンスルホン酸塩)ネオゲンSC-A(第一工業製薬社製)0.1~0.5ml及びトナー0.1~0.5gを入れた後、マイクロパーテルを用いて、かき混ぜた。次に、イオン交換水80mlを加えた後、超音波分散器(本多電子社製)を用いて、3分間分散させた。さらに、フロー式粒子像分析装置FPIA-2100(シスメックス社製)を用いて、濃度が5000~15000個/ μL になるまで平均円形度を測定した。

【0147】

(実施例1)

100部の母体粒子1、平均一次粒径が20nmの疎水性シリカNX-90G(日本アエロジル社製)1.0部、平均一次粒径が40nmの疎水性シリカRY-50(日本アエロジル社製)1.0部及び平均一次粒径が15nmの酸化チタンMT-150(テイカ社製)0.5部を、ヘンシェルミキサー20B(三井三池化工社製)を用いて、槽内温度を25~30に保持した上で、3000rpmで10分間混合した(1段目)。次に、ステアリン酸亜鉛0.15部を加えた後、上記と同様に、2500rpmで5分間混合した(2段目)。さらに、目開きが36 μm のメッシュ及び超音波振動装置を用いて篩い、トナーを得た。

【0148】

(実施例2)

10

20

30

40

50

2 段目の混合時間を 3 分間に変更した以外は、実施例 1 と同様にして、トナーを得た。

【0149】

(実施例 3)

2 段目の混合時間を 1 分間に変更した以外は、実施例 1 と同様にして、トナーを得た。

【0150】

(実施例 4)

ステアリン酸亜鉛の代わりに、ステアリン酸カルシウムを用いた以外は、実施例 1 と同様にして、トナーを得た。

【0151】

(実施例 5)

ステアリン酸亜鉛の代わりに、ステアリン酸カルシウムを用いた以外は、実施例 2 と同様にして、トナーを得た。

【0152】

(実施例 6)

ステアリン酸亜鉛の代わりに、ステアリン酸カルシウムを用いた以外は、実施例 3 と同様にして、トナーを得た。

【0153】

(実施例 7)

ステアリン酸亜鉛の添加量を 0.07 部に変更した以外は、実施例 1 と同様にして、トナーを得た。

【0154】

(実施例 8)

ステアリン酸亜鉛の添加量を 0.07 部に変更した以外は、実施例 2 と同様にして、トナーを得た。

【0155】

(実施例 9)

ステアリン酸亜鉛の添加量を 0.07 部に変更した以外は、実施例 3 と同様にして、トナーを得た。

【0156】

(実施例 10)

ステアリン酸亜鉛の添加量を 0.25 部に変更した以外は、実施例 1 と同様にして、トナーを得た。

【0157】

(実施例 11)

ステアリン酸亜鉛の添加量を 0.25 部に変更した以外は、実施例 2 と同様にして、トナーを得た。

【0158】

(実施例 12)

ステアリン酸亜鉛の添加量を 0.25 部に変更した以外は、実施例 3 と同様にして、トナーを得た。

【0159】

(実施例 13)

ステアリン酸亜鉛の添加量を 0.03 部に変更した以外は、実施例 1 と同様にして、トナーを得た。

【0160】

(実施例 14)

ステアリン酸亜鉛の添加量を 0.03 部に変更した以外は、実施例 2 と同様にして、トナーを得た。

【0161】

(実施例 15)

10

20

30

40

50

ステアリン酸亜鉛の添加量を0.03部に変更した以外は、実施例3と同様にして、トナーを得た。

【0162】

(実施例16)

ステアリン酸亜鉛の添加量を0.45部に変更した以外は、実施例1と同様にして、トナーを得た。

【0163】

(実施例17)

ステアリン酸亜鉛の添加量を0.45部に変更した以外は、実施例2と同様にして、トナーを得た。

【0164】

(実施例18)

ステアリン酸亜鉛の添加量を0.45部に変更した以外は、実施例3と同様にして、トナーを得た。

【0165】

(実施例19)

100部の母体粒子1、平均一次粒径が20nmの疎水性シリカNX-90G(日本アエロジル社製)1.0部、平均一次粒径が16nmの疎水性シリカRY-200S(日本アエロジル社製)1.15部及び平均一次粒径が15nmの酸化チタンMT-150(テイカ社製)0.5部を、ヘンシェルミキサー20B(三井三池化工社製)を用いて、槽内温度を25~30に保持した上で、3000rpmで10分間混合した(1段目)。次に、ステアリン酸亜鉛0.03部を加えた後、上記と同様に、2500rpmで5分間混合した(2段目)。さらに、目開きが36μmのメッシュ及び超音波振動装置を用いて篩い、トナーを得た。

【0166】

(実施例20)

2段目の混合時間を3分間に変更した以外は、実施例19と同様にして、トナーを得た。

【0167】

(実施例21)

2段目の混合時間を1分間に変更した以外は、実施例19と同様にして、トナーを得た。

【0168】

(実施例22)

ステアリン酸亜鉛の添加量を0.45部に変更した以外は、実施例19と同様にして、トナーを得た。

【0169】

(実施例23)

ステアリン酸亜鉛の添加量を0.45部に変更した以外は、実施例20と同様にして、トナーを得た。

【0170】

(実施例24)

ステアリン酸亜鉛の添加量を0.45部に変更した以外は、実施例21と同様にして、トナーを得た。

【0171】

(実施例25)

100部の母体粒子1、平均一次粒径が20nmの疎水性シリカNX-90G(日本アエロジル社製)0.75部、平均一次粒径が40nmの疎水性シリカRY-50(日本アエロジル社製)0.5部及び平均一次粒径が15nmの酸化チタンMT-150(テイカ社製)0.5部を、ヘンシェルミキサー20B(三井三池化工社製)を用いて、槽内温度

10

20

30

40

50

を 25 ~ 30 に保持した上で、3000rpmで10分間混合した(1段目)。次に、ステアリン酸亜鉛0.03部を加えた後、上記と同様に、2500rpmで5分間混合した(2段目)。さらに、目開きが36 μ mのメッシュ及び超音波振動装置を用いて篩い、トナーを得た。

【0172】

(実施例26)

2段目の混合時間を3分間に変更した以外は、実施例25と同様に、トナーを得た。

【0173】

(実施例27)

2段目の混合時間を1分間に変更した以外は、実施例25と同様に、トナーを得た。

【0174】

(実施例28)

ステアリン酸亜鉛の添加量を0.45部に変更した以外は、実施例25と同様に、トナーを得た。

【0175】

(実施例29)

ステアリン酸亜鉛の添加量を0.45部に変更した以外は、実施例26と同様に、トナーを得た。

【0176】

(実施例30)

ステアリン酸亜鉛の添加量を0.45部に変更した以外は、実施例27と同様に、トナーを得た。

【0177】

(実施例31)

母体粒子1の代わりに、母体粒子2を用いた以外は、実施例19と同様に、トナーを得た。

【0178】

(実施例32)

2段目の混合時間を3分間に変更した以外は、実施例31と同様に、トナーを得た。

【0179】

(実施例33)

2段目の混合時間を1分間に変更した以外は、実施例31と同様に、トナーを得た。

【0180】

(実施例34)

ステアリン酸亜鉛の添加量を0.45部に変更した以外は、実施例31と同様に、トナーを得た。

【0181】

(実施例35)

ステアリン酸亜鉛の添加量を0.45部に変更した以外は、実施例32と同様に、トナーを得た。

【0182】

(実施例36)

ステアリン酸亜鉛の添加量を0.45部に変更した以外は、実施例33と同様に、トナーを得た。

【0183】

(実施例37)

10

20

30

40

50

母体粒子 1 の代わりに、母体粒子 2 を用いた以外は、実施例 2 5 と同様にして、トナーを得た。

【 0 1 8 4 】

(実施例 3 8)

2 段目の混合時間を 3 分間に変更した以外は、実施例 3 7 と同様にして、トナーを得た。

【 0 1 8 5 】

(実施例 3 9)

2 段目の混合時間を 1 分間に変更した以外は、実施例 3 7 と同様にして、トナーを得た。

【 0 1 8 6 】

(実施例 4 0)

ステアリン酸亜鉛の添加量を 0 . 4 5 部に変更した以外は、実施例 3 7 と同様にして、トナーを得た。

【 0 1 8 7 】

(実施例 4 1)

ステアリン酸亜鉛の添加量を 0 . 4 5 部に変更した以外は、実施例 3 8 と同様にして、トナーを得た。

【 0 1 8 8 】

(実施例 4 2)

ステアリン酸亜鉛の添加量を 0 . 4 5 部に変更した以外は、実施例 3 9 と同様にして、トナーを得た。

【 0 1 8 9 】

(実施例 4 3)

母体粒子 1 の代わりに、母体粒子 2 を用いた以外は、実施例 1 と同様にして、トナーを得た。

【 0 1 9 0 】

(比較例 1)

母体粒子 1 の代わりに、母体粒子 3 を用いた以外は、実施例 2 と同様にして、トナーを得た。

【 0 1 9 1 】

(比較例 2)

1 段目と 2 段目の順序を逆にした以外は、実施例 2 と同様にして、トナーを得た。

【 0 1 9 2 】

(比較例 3)

2 段目の混合時間を 2 分間に変更した以外は、実施例 1 と同様にして、トナーを得た。

【 0 1 9 3 】

表 1 に、トナーの特性を示す。

【 0 1 9 4 】

10

20

30

【表 1】

| | 無機化合物の 被覆率[%] | 凝集体の含有量 [質量%] | 脂肪酸金属塩の 遊離率[%] | 母体粒子に対する 脂肪酸金属塩の質量比 |
|-------|------------------|------------------|-------------------|------------------------|
| 実施例1 | 70 | 0.12 | 36 | 1.5×10^{-3} |
| 実施例2 | 70 | 0.10 | 54 | 1.5×10^{-3} |
| 実施例3 | 70 | 0.08 | 72 | 1.5×10^{-3} |
| 実施例4 | 70 | 0.12 | 35 | 1.5×10^{-3} |
| 実施例5 | 70 | 0.10 | 53 | 1.5×10^{-3} |
| 実施例6 | 70 | 0.08 | 70 | 1.5×10^{-3} |
| 実施例7 | 70 | 0.11 | 32 | 7.0×10^{-4} |
| 実施例8 | 70 | 0.09 | 49 | 7.0×10^{-4} |
| 実施例9 | 70 | 0.07 | 65 | 7.0×10^{-4} |
| 実施例10 | 70 | 0.13 | 39 | 2.5×10^{-3} |
| 実施例11 | 70 | 0.11 | 59 | 2.5×10^{-3} |
| 実施例12 | 70 | 0.09 | 78 | 2.5×10^{-3} |
| 実施例13 | 70 | 0.12 | 30 | 3.0×10^{-4} |
| 実施例14 | 70 | 0.10 | 48 | 3.0×10^{-4} |
| 実施例15 | 70 | 0.08 | 65 | 3.0×10^{-4} |
| 実施例16 | 70 | 0.14 | 42 | 4.5×10^{-3} |
| 実施例17 | 70 | 0.12 | 61 | 4.5×10^{-3} |
| 実施例18 | 70 | 0.10 | 79 | 4.5×10^{-3} |
| 実施例19 | 90 | 0.11 | 30 | 3.0×10^{-4} |
| 実施例20 | 90 | 0.09 | 48 | 3.0×10^{-4} |
| 実施例21 | 90 | 0.07 | 65 | 3.0×10^{-4} |
| 実施例22 | 90 | 0.13 | 43 | 4.5×10^{-3} |
| 実施例23 | 90 | 0.11 | 61 | 4.5×10^{-3} |
| 実施例24 | 90 | 0.09 | 78 | 4.5×10^{-3} |
| 実施例25 | 50 | 0.12 | 30 | 3.0×10^{-4} |
| 実施例26 | 50 | 0.10 | 48 | 3.0×10^{-4} |
| 実施例27 | 50 | 0.08 | 65 | 3.0×10^{-4} |
| 実施例28 | 50 | 0.14 | 43 | 4.5×10^{-3} |
| 実施例29 | 50 | 0.12 | 61 | 4.5×10^{-3} |
| 実施例30 | 50 | 0.10 | 78 | 4.5×10^{-3} |
| 実施例31 | 90 | 0.10 | 32 | 3.0×10^{-4} |
| 実施例32 | 90 | 0.08 | 50 | 3.0×10^{-4} |
| 実施例33 | 90 | 0.06 | 67 | 3.0×10^{-4} |
| 実施例34 | 90 | 0.12 | 45 | 4.5×10^{-3} |
| 実施例35 | 90 | 0.10 | 63 | 4.5×10^{-3} |
| 実施例36 | 90 | 0.08 | 80 | 4.5×10^{-3} |
| 実施例37 | 50 | 0.11 | 32 | 3.0×10^{-4} |
| 実施例38 | 50 | 0.09 | 50 | 3.0×10^{-4} |
| 実施例39 | 50 | 0.07 | 67 | 3.0×10^{-4} |
| 実施例40 | 50 | 0.13 | 45 | 4.5×10^{-3} |
| 実施例41 | 50 | 0.11 | 63 | 4.5×10^{-3} |
| 実施例42 | 50 | 0.09 | 80 | 4.5×10^{-3} |
| 実施例43 | 70 | 0.10 | 54 | 1.5×10^{-3} |
| 比較例1 | 70 | 0.20 | 55 | 1.5×10^{-3} |
| 比較例2 | 70 | 0.12 | 28 | 1.5×10^{-3} |
| 比較例3 | 70 | 0.12 | 82 | 1.5×10^{-3} |

(無機化合物の平均一次粒径)

10

20

30

40

50

無機化合物の平均一次粒径は、SEM写真から求められる長径を一次粒径とし、10000個の平均値を平均一次粒径とした。

【0195】

(無機化合物の被覆率)

式

$$H = (3 \times D_v \times P_t / (2 \cdot d_a \cdot P_a) \times C_a \times 100)$$

(ただし、 D_v は、母体粒子の体積平均粒径であり、 P_t は、母体粒子の真比重であり、 d_a は、無機化合物の平均一次粒径であり、 P_a は、無機化合物の真比重であり、 C_a は、トナー中の無機化合物の含有量[質量%]である。)

から、無機化合物の被覆率を算出した。

10

【0196】

(脂肪酸金属塩の遊離率)

まず、200mLの軟膏瓶に、イオン交換水100mL及び界面活性剤を33質量%含む水溶液ドライウエル(富士写真フイルム社製)4.4mL入れた後、トナー5gを加え、手振り30回で混合し、1時間以上静置した。次に、手振り20回で混合した後、CV33型プローブヘッドを有する超音波ホモジナイザーVCX750(SONICS & MATERIALS社製)を用いて、以下の条件で分散させた。

【0197】

超音波振動時間：60秒

連続振幅：40W

振動開始温度：23±1.5

さらに、直径が110mmの定性ろ紙No.2(アドバンテック東洋社製)を用いて、分散液を吸引ろ過した後、イオン交換水で2回洗浄した。次に、ろ過した後、乾燥させた。上記処理前後のトナー中の金属の含有量を、蛍光X線法を用いて定量した後、式

(処理前のトナー中の金属の含有量 - 処理後のトナー中の金属の含有量) / 処理前のトナー中の金属の含有量 × 100

から、脂肪酸金属塩の遊離率を算出した。

20

【0198】

(遠心力により加圧した後の凝集体の含有量)

まず、30mLのスクリーバイアル瓶に、トナー10gを入れた後、遠心分離機HIMAC/CT4D(HITACHI社製)を用いて、3000rpmで15分間遠心力を印加した。次に、スクリーバイアル瓶を回しながら、壁伝いで底にたどり着くまで薬匙を挿入した。さらに、得られたトナーを目開きが106μmのメッシュ上に移した後、転動させた後、メッシュ上に残留した凝集体を薬包紙で採取した。次に、デジタル式上皿天秤を用いて、薬包紙で採取した凝集体の量[g]を計量し、計量された値を10で除し、凝集体の含有量を算出した。このとき、凝集体の含有量を15回測定し、平均値を求めた。

30

【0199】

次に、実施例1~43及び比較例1~3のトナーを用いて、現像剤を作製した。

【0200】

(二成分現像剤の作製)

キャリア93部及びトナー7部を混合し、二成分現像剤を得た。

40

【0201】

次に、二成分現像剤を用いて、低温定着性、トナー飛散、フィルミング、トナー固着及び黒斑点を評価した。具体的には、クリーニングブレードを有するRicoh Pro C751ex機(リコー製)の改造機を用いて、0~1万枚までを23、50%RH、1万~2万枚までを28、85%RH、2万~3万枚までを15、30%RHの環境下で、画像面積率が5%の画像と20%の画像を1000枚毎に交互に出力する操作を3回繰り返した。

【0202】

50

(低温定着性)

10000枚出力する毎に、ドット画像とベタ画像を出力し、低温定着性を評価した。なお、画像剥がれが無く、定着パットで擦った後の画像濃度の残存率が95%以上である場合を○、画像濃度の残存率が85%以上95%未満である場合を△、画像濃度の残存率が70%以上85%未満である場合を◇、画像剥がれがある、又は、画像濃度の残存率が70%未満である場合を×として、判定した。

【0203】

(トナー飛散)

上記操作を3回繰り返した後、カバーを開け、機内のトナーによる汚れを確認し、トナー飛散を評価した。なお、機内のトナーによる汚れが見られない場合を○、機内のトナーによる汚れが見られるものの、カバーの外側にトナーによる汚れが見られない場合を△、機内及びカバーの外側にトナーによる汚れが見られる場合を×として、判定した。

10

【0204】

(フィルミング)

上記操作を3回繰り返した後、感光体上の母体粒子及び無機化合物の固着及び画像を確認し、フィルミングを評価した。感光体上に母体粒子及び無機化合物が固着していない場合を○、母体粒子及び無機化合物が軽微に固着しているものの、画像で検出されない場合を△、母体粒子及び無機化合物が固着しているものの、画像品質上、問題がない場合を◇、母体粒子及び無機化合物が固着しており、画像品質上、問題がある場合を×として、判定した。

20

【0205】

(トナー固着)

上記操作を3回繰り返した後、トナーの搬送部や現像部で主に摺擦の大きい部分(例えば、搬送部のスクリーン、現像部の軸部分)のトナーの固着及び画像を確認し、トナー固着を評価した。なお、トナーが固着していない場合を○、トナーが軽微に固着しているものの、画像で検出されない場合を△、トナーが固着しているものの、画像品質上、問題がない場合を◇、トナーが固着しており、画像品質上、問題がある場合を×として、判定した。

【0206】

(黒斑点)

1000枚出力する毎に、50枚ずつ、黒斑点を確認した。黒斑点の発生率が3%未満である場合を○、3%以上10%未満である場合を△、10%以上20%未満である場合を◇、20%以上である場合を×として、判定した。

30

【0207】

表2に、低温定着性、トナー飛散、フィルミング、トナー固着及び黒斑点の評価結果を示す。

【0208】

【表 2】

| | 低温定着性 | トナー固着 | トナー飛散 | フィルミング | 黒斑点 |
|-------|-------|-------|-------|--------|-----|
| 実施例1 | ◎ | ◎ | ○ | ◎ | ○ |
| 実施例2 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ |
| 実施例3 | ◎ | ◎ | ◎ | ○ | ◎ |
| 実施例4 | ◎ | ◎ | ○ | ◎ | ○ |
| 実施例5 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ |
| 実施例6 | ◎ | ◎ | ◎ | ○ | ◎ |
| 実施例7 | ◎ | ◎ | ○ | ◎ | ◎ |
| 実施例8 | ◎ | ◎ | ◎ | ○ | ◎ |
| 実施例9 | ◎ | ◎ | ◎ | ○ | ◎ |
| 実施例10 | ◎ | ◎ | ○ | ◎ | △ |
| 実施例11 | ◎ | ◎ | ◎ | ○ | △ |
| 実施例12 | ◎ | ◎ | ◎ | ○ | △ |
| 実施例13 | ◎ | ◎ | ○ | ○ | ◎ |
| 実施例14 | ◎ | ◎ | ◎ | △ | ◎ |
| 実施例15 | ◎ | ◎ | ◎ | △ | ◎ |
| 実施例16 | ◎ | ◎ | ○ | ○ | △ |
| 実施例17 | ◎ | ◎ | ◎ | △ | △ |
| 実施例18 | ◎ | ◎ | ◎ | △ | △ |
| 実施例19 | ○ | ○ | ○ | ○ | ◎ |
| 実施例20 | ○ | ○ | ◎ | △ | ◎ |
| 実施例21 | ○ | ○ | ◎ | △ | ◎ |
| 実施例22 | ○ | ○ | ○ | ○ | △ |
| 実施例23 | ○ | ○ | ◎ | △ | △ |
| 実施例24 | ○ | ○ | ◎ | △ | △ |
| 実施例25 | ◎ | △ | ○ | ◎ | ◎ |
| 実施例26 | ◎ | △ | ◎ | ○ | ◎ |
| 実施例27 | ◎ | △ | ◎ | ○ | ◎ |
| 実施例28 | ◎ | △ | ○ | ◎ | △ |
| 実施例29 | ◎ | △ | ◎ | ○ | △ |
| 実施例30 | ◎ | △ | ◎ | ○ | △ |
| 実施例31 | △ | ◎ | ○ | ○ | ◎ |
| 実施例32 | △ | ◎ | ◎ | △ | ◎ |
| 実施例33 | △ | ◎ | ◎ | △ | ◎ |
| 実施例34 | △ | ◎ | ○ | ○ | ◎ |
| 実施例35 | △ | ◎ | ◎ | △ | ◎ |
| 実施例36 | △ | ◎ | ◎ | △ | ◎ |
| 実施例37 | ○ | ○ | ○ | ◎ | ◎ |
| 実施例38 | ○ | ○ | ◎ | ○ | ◎ |
| 実施例39 | ○ | ○ | ◎ | ○ | ◎ |
| 実施例40 | ○ | ○ | ○ | ◎ | ◎ |
| 実施例41 | ○ | ○ | ◎ | ○ | ◎ |
| 実施例42 | ○ | ○ | ◎ | ○ | ◎ |
| 実施例43 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ |
| 比較例1 | ◎ | ◎ | ○ | ○ | × |
| 比較例2 | ◎ | ◎ | × | ○ | ○ |
| 比較例3 | ◎ | ◎ | ○ | × | ○ |

表 2 から、実施例 1 ~ 43 のトナーは、低温定着性、トナー飛散、フィルミング、トナ 50

—固着及び黒斑点に優れることがわかる。

【0209】

一方、比較例1のトナーは、遠心力により加圧した後の凝集体の含有量が0.20質量%であるため、黒斑点が発生する。

【0210】

比較例2のトナーは、脂肪酸金属塩の遊離率が28%であるため、トナー飛散が発生する。

【0211】

比較例3のトナーは、脂肪酸金属塩の遊離率が82%であるため、フィルミングが発生する。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0212】

【特許文献1】特開2010-79242号公報

フロントページの続き

(72)発明者 工藤 真樹

東京都大田区中馬込 1 丁目 3 番 6 号 株式会社リコー内

(72)発明者 渡邊 真弘

東京都大田区中馬込 1 丁目 3 番 6 号 株式会社リコー内

Fターム(参考) 2H500 AA01 AA08 AA09 AA10 CA06 CA36 CB12 EA39B EA42D EA44B
EA53A EA62A EA62D EA66A FA04 FA10