

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5917308号  
(P5917308)

(45) 発行日 平成28年5月11日 (2016. 5. 11)

(24) 登録日 平成28年4月15日 (2016. 4. 15)

(51) Int. Cl.	F I
<b>G 0 3 G</b> 9/087 (2006. 01)	G O 3 G 9/08 3 8 1
<b>B O 1 J</b> 2/16 (2006. 01)	B O 1 J 2/16

請求項の数 8 (全 22 頁)

(21) 出願番号	特願2012-133569 (P2012-133569)	(73) 特許権者	000001007
(22) 出願日	平成24年6月13日 (2012. 6. 13)		キヤノン株式会社
(65) 公開番号	特開2013-20244 (P2013-20244A)		東京都大田区下丸子3丁目30番2号
(43) 公開日	平成25年1月31日 (2013. 1. 31)	(74) 代理人	100096828
審査請求日	平成27年6月11日 (2015. 6. 11)		弁理士 渡辺 敬介
(31) 優先権主張番号	特願2011-131145 (P2011-131145)	(74) 代理人	100110870
(32) 優先日	平成23年6月13日 (2011. 6. 13)		弁理士 山口 芳広
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(72) 発明者	溝尾 祐一
			東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
		(72) 発明者	皆川 浩範
			東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

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処理室と、

(2) 該処理室の内部に該粉体粒子を供給するための粉体粒子供給手段と、

(3) 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該処理室の内部に供給するための熱風供給手段と、

(4) 熱処理された粉体粒子を冷却するための冷風を該処理室の内部に供給する冷風供給手段と、

(5) 熱処理された該粉体粒子を回収するための回収手段と、  
を有し、

該粉体粒子供給手段が、

導入管、及び、

該導入管の出口部に対向して設けられた分配部材

を有しており、

該分配部材には、導入管の出口部に対向する部分に突起状部材が設けられており、

該分配部材が、該突起状部材を中心に該処理室の壁面に向かう2以上の流路を有する供給管を有することを特徴とする粉体粒子の熱処理装置。

10

20

## 【請求項 2】

前記供給管が、4以上の流路を有し、  
前記4以上の流路のそれぞれが、前記突起状部材を中心に前記処理室の壁面に向かって放射状に広がっている  
請求項1に記載の粉体粒子の熱処理装置。

## 【請求項 3】

前記粉体粒子供給手段が、前記導入管の上部に前記粉体粒子を分散させるための分散エア供給部材を有する請求項1又は2に記載の粉体粒子の熱処理装置。

## 【請求項 4】

前記供給管が、圧縮エア注入口又は外気吸引口を有し、  
前記圧縮エア注入口又は前記外気吸引口が、流量調整機構を有する  
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】

前記粉体粒子の熱処理装置が、前記導入管の内部に拡散部材を有する請求項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、粉砕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。

## 【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。

20

## 【請求項 8】

前記粉体粒子が、粉砕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利用してトナーを製造する方法に関する。

30

## 【背景技術】

## 【0002】

近年、複写機やプリンターの高画質化・高精細化に伴い、現像剤としてのトナーに要求される性能も一段と厳しくなり、トナーの粒子径が小さく、粗大粒子が含有されず且つ微粒子の少ない粒度分布がシャープなトナーが要求されるようになってきている。

## 【0003】

また、複写機やプリンター用の転写材としては、通常の紙以外にも様々なマテリアルに対応することが必要となっており、トナーの転写性の向上が要求されるために、トナーの表面形状を改質し、更なる球形化が要求されるようになってきている。

## 【0004】

40

トナーの球形化及び表面改質を行うための方法としては、トナー粒子を圧縮空気により熱風中に分散噴霧させ、表面改質と球形化を行う方法（特許文献1参照）や、トナー粒子にシリカ等の添加剤を加えた後、熱処理を施し、固着させる事で遊離した添加剤を除く方法（特許文献2参照）等が挙げられる。

## 【0005】

しかしながら、熱を利用した方法では、トナーに必要以上の熱が加わると、トナー同士が合一し、粗大な粒子が生じてしまう。

## 【0006】

更に、熱可塑性粒子を熱風との接触によって球形化する際に、原料噴射口の下端出口と間隔において衝突部材を設けた球形化処理装置が提案されている（特許文献3参照）。し

50

かし、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てしまうため、安定生産ができず、トナー生産上好ましくない。

【0007】

更に上記不具合を解消するために、原料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球形化处理装置が提案されている（特許文献4参照）。しかし、本構成においては複数の原料噴射ノズルを複数設ける必要があり、装置構成上大型化し、原料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に原料の噴射を行うために処理部分にロスを生じてしまい、処理量を上げていくには非効率である。

【0008】

また、トナーのクリーニング性を改善するために、極度に円形度が高い粒子の発生を抑えつつ、均一で安定した熱処理を可能とする装置として、供給部を複数設けて熱風の外側より粉体粒子を供給する方法が検討されている。しかし、通常考えられる供給部の複数化（図9参照）では、供給部の数だけ供給装置が増えてしまう為、スペース効率（所望生産量を確保するための装置占有面積）の増加し、さらにエネルギー効率の低下、メンテナンス負荷が問題となる。また、複数の供給部からの供給量にバラツキが生じた場合、処理時に合一粒子が増加する等の問題がある。

【0009】

また、特許文献5に記載されている分岐方法は、レイアウト上の制約から配管を曲げざるを得ない場合は配管内で流速差を生じ、分配の均一性において難がある。

【0010】

このように、シャープな粒度分布を有し、且つ極度に円形度が高い粒子の存在比率が小さいトナーを効率良く、安定的に作り出すためには、熱処理装置に改良の余地がある。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0011】

【特許文献1】特開平11-295929号公報

【特許文献2】特開平7-271090号公報

【特許文献3】特開2004-276016号公報

【特許文献4】特開2004-189845号公報

【特許文献5】特開昭59-158733号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

本発明の目的は、処理量を増加させた場合にも、粉体粒子を均一に近い状態で熱処理することができ、合一粒子や極度に円形度が高い粒子の発生を抑える事が出来る粉体粒子の熱処理装置を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0013】

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処理室と、

（2）該処理室の内部に該粉体粒子を供給するための粉体粒子供給手段と、

（3）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該処理室の内部に供給するための熱風供給手段と、

（4）熱処理された粉体粒子を冷却するための冷風を該処理室の内部に供給する冷風供給手段と、

（5）熱処理された該粉体粒子を回収するための回収手段と、  
を有し、

10

20

30

40

50

該粉体粒子供給手段が、  
導入管、及び、  
該導入管の出口部に対向して設けられた分配部材  
を有しており、  
該分配部材には、導入管の出口部に対向する部分に突起状部材が設けられており、  
該分配部材が、該突起状部材を中心に該処理室の壁面に向かう２以上の流路を有する供給管を有することを特徴とする粉体粒子の熱処理装置に関する。

【００１４】

また、本発明は、上記構成の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】

10

【００１５】

本発明によれば、処理量を増加させた場合にも、粉体粒子を均一に近い状態で熱処理することができ、合一粒子や極度に円形度が高い粒子の発生を抑える事が出来る。

【００１６】

更に本発明によれば、供給装置を最小数量化することが可能となり、特に装置レイアウト上のスペース効率を向上させることが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【００１７】

【図１】本発明の熱処理装置の一例を示す断面概略図である。

【図２】本発明に使用される粉体粒子供給手段（原料供給手段）の一例を示す平面図である。

20

【図３】粉体粒子供給手段（原料供給手段）の分散部材の断面図である。

【図４】粉体粒子供給手段（原料供給手段）の流量調整機構の断面図である。

【図５】熱処理装置本体部の断面斜視図である。

【図６】粉体粒子供給口（原料供給口）の平面図である。

【図７】熱処理装置本体部に用いられる旋回部材である。

【図８】比較例１の熱処理装置及び供給手段の概略図である。

【図９】供給部を複数設けた熱処理装置の概略図である。

【発明を実施するための形態】

【００１８】

30

近年要求されるトナーの転写性の向上に対応するためには、トナーの平均円形度は０．９６０以上であることが好ましく、更に好ましくは０．９６５以上である。一方で、トナーの円形度分布において、円形度０．９９０以上の粒子の頻度が増加しすぎるとクリーニング不良が発生し易くなることも判明している。

【００１９】

これは、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クリーニング方法においては、球形に近い粒子は、クリーニングブレードをすり抜け易いためである。すり抜けを防止するために、クリーニングブレードの感光体への接触圧を上げるという対策も可能であるが、感光体ドラムの回転トルクの上昇やクリーニングブレードの磨耗などの弊害があるために限界がある。従って、トナーのクリーニング性を向上させるためには、トナー中における円形度０．９９０以上の粒子の含有率を少なくすることが好ましい。

40

【００２０】

以下、本発明の熱処理装置の概略を、図を用いて説明する。図１は本発明の熱処理装置の一例を示した断面概略図である。

【００２１】

原料定量供給機１により定量供給された粉体粒子は、圧縮気体流量調整手段２により調整された圧縮気体によって、導入管３に導かれる。導入管３は、粉体粒子の供給方向が、鉛直方向となるように設置されている。導入管３を通過した粉体粒子は、該導入管の出口部に対向して設けられた円錐状の突起状部材４により均一に分散され、２以上（図２では

50

8つ)の流路を有する供給管5に導かれ、熱処理が行われる処理室6に導かれる。尚、突起状部材4と供給管5とを有する部材を分配部材と称する。また、導入管3と分配部材とを有する部材を粉体粒子供給手段(「原料供給手段」とも称する)と称する。

【0022】

円錐状の突起物は、均一に分散できるものであればこの形状に限定されるものではなく、8角錐等の多面形状であってもよい。

【0023】

粉体粒子の供給方向が鉛直方向となるように設置された導入管を用いて粉体粒子を供給することで、配管内流速のばらつきの抑制が可能となる。そして、この状態で粉体粒子が分配部材によって瞬時に分配されることで、粉体粒子が均一に近い状態で処理室に供給される。圧縮気体調整手段より供給されるエア流量は、 $1.0$ 乃至 $5.0\text{ m}^3/\text{min}$ の範囲内であることが好ましい。圧縮気体調整手段より供給されるエア流量が上記の範囲内であれば、粉体粒子の分散が良好になり、熱処理装置の処理室で、粉体粒子が均一に近い状態で熱処理される。

【0024】

更に図3に示す導入管上部の分散エア供給口15から $0.5$ 乃至 $1.5\text{ m}^3/\text{min}$ のエアを導入することにより好ましい結果が得られる。また、図3に示す様に、導入管内に分散エア供給部材16を具備することで、粉体粒子がより好ましい状態で分配される。分散エア供給部材16の形状としては、先端が円錐状の円柱部材や、先端が多角錐状の棒状部材が挙げられる。更に、図4に示す様に、圧縮エア注入口又は外気吸引口として、流量調整手段17にて各流路への2次エア導入量を調整することにより、各流路の粉体粒子の流量を均一に近い状態に調整することができる。各供給口における粉体粒子の流速の変動幅は、 $\pm 0.5\text{ m/s}$ 以内に調整することが好ましい。上記の範囲内であれば、粗大粒子の発生を抑制することができる。

【0025】

粉体粒子を熱処理室へ導く流路は、2方向以上に分割される。その中でも、供給管は4以上の流路を有し、流路は突起状部材を中心に処理室の壁面に向かって放射状に広がっていることがより好ましい構成である。特に、粉体粒子の供給量が $100\text{ kg/h}$ 以上である場合は、粉体粒子を熱処理室へ導く流路を4方向に分割することが好ましく、8方向に分割する場合がより好ましい。熱処理装置への導入口を設けるスペースを考慮すれば、熱処理装置の処理室の内径(直径)が $400$ 乃至 $600\text{ mm}$ である場合には、粉体粒子を熱処理室へ導く流路を8方向に分割することが特に好ましい。分配流路を増やすことにより、各供給口から熱処理室に導入される直後の粉体粒子の濃度をより減じることが可能となるので、粉体粒子をより均一に近い状態で熱処理することが可能となる。そして、これによって、合一粒子の発生が抑制されると共に、熱処理後の粉体粒子の円形度分布をシャープにすることができる。

【0026】

図1、図5に示すように、本発明の熱処理装置は、トナーの熱処理が行われる円筒形状の処理室6を持つ。

【0027】

供給された粉体粒子を熱処理するための熱風は、図1に示す熱風供給手段7から供給される。処理室内に供給される熱風は、熱風供給手段7の出口部における温度が $100$ 乃至 $300$ であることが好ましい。熱風供給手段の出口部における温度が上記の範囲内であれば、粉体粒子を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、粉体粒子を均一に近い状態で球形化処理することが可能となる。

【0028】

更に熱処理された粉体粒子は冷風供給手段8から供給される冷風によって冷却される。冷風供給手段8から供給される温度は $-20$ 乃至 $30$ であることが好ましい。冷風の温度が上記の範囲内であれば、粉体粒子を効率的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。

## 【 0 0 2 9 】

処理室内部は、粉体粒子の融着を防止するために、冷却ジャケットによって冷却されていることが好ましい。冷却ジャケットには冷却水（好ましくはエチレングリコール等の不凍液）を導入することが好ましく、冷却ジャケットの表面温度が40以下であることが好ましい。

## 【 0 0 3 0 】

このとき、処理室に供給された粉体粒子は、処理室内に設けられた粉体粒子の流れを規制するための規制手段9によって、その流れが規制される。このため処理室に供給された粉体粒子は、処理室内の内壁面に沿って螺旋状に回転しながら熱処理された後、冷却される。

10

## 【 0 0 3 1 】

次に、冷却された粉体粒子は、処理室の下端にある回収手段10によって回収される。なお、回収手段の先にはブロワー（不図示）が設けられ、ブロワーによる吸引によって搬送される構成となっている。

## 【 0 0 3 2 】

熱処理装置の熱風供給手段の出口11は、柱状部材9の上端部に対向している。また、この柱状部材9は、その上端部の中心部に、供給された熱風を周方向に分配するための略円錐形状の熱風分配部材12を具備している。

## 【 0 0 3 3 】

熱風を旋回させるための旋回部材13は、処理室内の内壁面に沿って熱風を螺旋状に回転させて導入することができる構成であればよい。その構成としては、図7に示したように、熱風を回転させるための回転部材13が、複数のブレード18を有しており、その枚数や角度により、熱風の回転を制御することができる。

20

## 【 0 0 3 4 】

なお、柱状部材9には、粉体粒子の融着を防止するために、冷却ジャケットを設けることが好ましい。

## 【 0 0 3 5 】

熱風を旋回させるための旋回部材13は、熱風の回転方向が供給された粉体粒子の回転方向と同方向になるように設けられている。

## 【 0 0 3 6 】

処理室に供給された粉体粒子の回転方向と、熱風の回転方向とが同一であることによって、処理室内で乱流が起こらないため、粉体粒子同士の衝突が少なくなり、粉体粒子の合一粒子が減少し、形状の揃ったトナーを得ることができる。

30

## 【 0 0 3 7 】

熱処理装置の回収手段10は、螺旋状に回転する粉体粒子の回転方向を維持するように、処理室の外周部に設けられている。

## 【 0 0 3 8 】

粉体粒子の流れを規制するための規制手段の柱状部材9は、断面が略円形状であることが好ましい。また、柱状部材9は、処理室の下流側にいくに従って柱状部材9の根元部が太くなっても構わない。これにより、粉体粒子回収手段側端部の粉体粒子の流速が速くなり、粉体粒子の排出性を向上させることができるとともに、回収部における付着や融着、粉体粒子の合一を抑制することができる。

40

## 【 0 0 3 9 】

図1の熱処理装置では、冷風供給手段から供給される冷風は、装置外周部から処理室内周面に、水平かつ接線方向から供給されるよう構成されており、これによって処理室壁面への粉体粒子の付着が抑制される。

## 【 0 0 4 0 】

また、冷風供給手段から供給される冷風の旋回方向が、熱風の旋回方向と同方向であることによって、処理室内で乱流が起こらないため、粉体粒子の合一を抑制することができる。

50

## 【 0 0 4 1 】

熱処理装置において、粉体粒子供給口 1 4 から供給される粉体粒子は、装置外周部から処理室内周面に、水平かつ接線方向から供給されるよう構成されている。このため、処理室内に供給された粉体粒子には強い遠心力がかかり、粉体粒子の分散性が向上する。

## 【 0 0 4 2 】

粉体供給口から供給される粉体粒子の回転方向、冷風供給手段から供給された冷風の回転方向、熱風供給手段から供給された熱風の回転方向は、すべて同方向であることが好ましい。これにより、処理室内で乱流が起こらず、装置内の回転流が強化され、粉体粒子に強力な遠心力がかかり、粉体粒子の分散性が更に向上するため、合一粒子の少ない、形状の揃ったトナーを得ることができる。

10

## 【 0 0 4 3 】

さらに、図 1 の熱処理装置では、粉体粒子供給口は、同一周方向に複数設けられている。図 6 に示すように、粉体粒子供給手段の分割数が多くなるほど、処理室に導入される際の粉体粒子の粉塵濃度が低下する。これによって、粉体粒子の熱処理に必要な温度を低下させることができる。つまり、同一温度では粉体粒子供給手段の分割数が多くなるほど、熱処理後の粉体粒子の平均円形度は高くなる。

## 【 0 0 4 4 】

冷風供給手段は、粉体粒子供給手段より下流側に、複数設けられていることが好ましい。

## 【 0 0 4 5 】

冷風供給手段が、粉体供給手段より下流側にあることにより、導入された冷風が処理室内の熱処理ゾーンを冷却してしまうことがなく、粉体粒子の球形化に必要な熱処理温度が必要以上になることを防止する。

20

## 【 0 0 4 6 】

処理室に導入される冷風の風量や温度は独立して制御可能である。このため、図 1 に示したように、冷風供給手段が 3 段設けられていることが好ましい。

## 【 0 0 4 7 】

例えば、1 段目の冷風 ( 8 - 1 ) は処理室内に導入された粉体粒子を熱処理ゾーンに効率よく送り込むための冷風、2 段目 ( 8 - 2 ) は粉体粒子を冷却するため冷風、3 段目の冷風 ( 8 - 3 ) は粉体粒子回収手段を冷却するための冷風とし、それぞれの冷風の機能を分離することが可能となる。

30

## 【 0 0 4 8 】

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。

## 【 0 0 4 9 】

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。

40

## 【 0 0 5 0 】

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、T E M 型押し出し機 ( 東芝機械社製 ) ; T E X 二軸混練機 ( 日本製鋼所社製 ) ; P C M 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。

## 【 0 0 5 1 】

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。

50

## 【 0 0 5 2 】

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。

## 【 0 0 5 3 】

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、T S P セパレータ、T T S P 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。

## 【 0 0 5 4 】

続いて、熱処理工程として、得られたトナー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。

## 【 0 0 5 5 】

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。

## 【 0 0 5 6 】

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。

## 【 0 0 5 7 】

次に、トナーの構成材料について説明する。

## 【 0 0 5 8 】

結着樹脂としては、公知の樹脂が用いられるが、例えば、ポリスチレン、ポリビニルトルエンの如きスチレン誘導体の単重合体；スチレン - プロピレン共重合体、スチレン - ビニルトルエン共重合体、スチレン - ビニルナフタリン共重合体、スチレン - アクリル酸メチル共重合体、スチレン - アクリル酸エチル共重合体、スチレン - アクリル酸ブチル共重合体、スチレン - アクリル酸オクチル共重合体、スチレン - アクリル酸ジメチルアミノエチル共重合体、スチレン - メタ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 - メタクリル酸オクチル共重合体、スチレン - メタクリル酸ジメチルアミノエチル共重合体、スチレン - ビニルメチルエーテル共重合体、スチレン - ビニルエチルエーテル共重合体、スチレン - ビニルメチルケトン共重合体、スチレン - ブタジエン共重合体、スチレン - イソブレン共重合体、スチレン - マレイン酸共重合体、スチレン - マレイン酸エステル共重合体の如きスチレン系共重合体；ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート、ポリ酢酸ビニル、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリビニルブチラル、シリコーン樹脂、ポリエステル樹脂、ポリアミド樹脂、エポキシ樹脂、ポリアクリル樹脂、ロジン、変性ロジン、テルペン樹脂、フェノール樹脂、脂肪族又は脂環族炭化水素樹脂、芳香族石油樹脂が挙げられ、これらの樹脂は単独もしくは混合して用いても良い。

## 【 0 0 5 9 】

これらの中で、結着樹脂として好ましく用いられる重合体としては、ポリエステル樹脂又はスチレン系共重合ユニットとポリエステルユニットとを有するハイブリッド樹脂である。

## 【 0 0 6 0 】

スチレン系共重合体に用いる重合性モノマーとしては、次のようなものが挙げられる。例えば、スチレン；o - メチルスチレン、m - メチルスチレン、p - メチルスチレン、- メチルスチレン、p - フェニルスチレン、p - エチルスチレン、2, 4 - ジメチルスチレン、p - n - ブチルスチレン、p - t e r t - ブチルスチレン、p - n - ヘキシルスチレン、p - n - オクチルスチレン、p - n - ノニルスチレン、p - n - デシルスチレン、p - n - ドデシルスチレン、p - メトキシスチレン、p - クロルスチレン、3, 4 - ジクロルスチレン、m - ニトロスチレン、o - ニトロスチレン、p - ニトロスチレンの如きス

10

20

30

40

50



チレン及びその誘導体；エチレン、プロピレン、ブチレン、イソブチレンの如き不飽和モノオレフィン類；ブタジエン、イソプレンの如き不飽和ポリエン類；塩化ビニル、塩化ビニリデン、臭化ビニル、フッ化ビニルの如きハロゲン化ビニル類；酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、ベンゾエ酸ビニルの如きビニルエステル類；メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸プロピル、メタクリル酸  $n$  - ブチル、メタクリル酸イソブチル、メタクリル酸  $n$  - オクチル、メタクリル酸ドデシル、メタクリル酸 2 - エチルヘキシル、メタクリル酸ステアリル、メタクリル酸フェニル、メタクリル酸ジメチルアミノエチル、メタクリル酸ジエチルアミノエチルの如き - メチレン脂肪族モノカルボン酸エステル類；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸プロピル、アクリル酸  $n$  - ブチル、アクリル酸イソブチル、アクリル酸  $n$  - オクチル、アクリル酸ドデシル、アクリル酸 2 - エチルヘキシル、アクリル酸ステアリル、アクリル酸 2 - クロルエチル、アクリル酸フェニルの如きアクリル酸エステル類；ビニルメチルエーテル、ビニルエチルエーテル、ビニルイソブチルエーテルの如きビニルエーテル類；ビニルメチルケトン、ビニルヘキシルケトン、メチルイソプロペニルケトンの如きビニルケトン類； $N$  - ビニルピロール、 $N$  - ビニルカルバゾール、 $N$  - ビニルインドール、 $N$  - ビニルピロリドンの如き  $N$  - ビニル化合物；ビニルナフタリン類；アクリロニトリル、メタクリロニトリル、アクリルアミドの如きアクリル酸もしくはメタクリル酸誘導体。

10

#### 【0061】

更に、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、メサコン酸の如き不飽和二塩基酸；マレイン酸無水物、シトラコン酸無水物、イタコン酸無水物、アルケニルコハク酸無水物の如き不飽和二塩基酸無水物；マレイン酸メチル-halfエステル、マレイン酸エチル-halfエステル、マレイン酸ブチル-halfエステル、シトラコン酸メチル-halfエステル、シトラコン酸エチル-halfエステル、シトラコン酸ブチル-halfエステル、イタコン酸メチル-halfエステル、アルケニルコハク酸メチル-halfエステル、フマル酸メチル-halfエステル、メサコン酸メチル-halfエステルの如き不飽和二塩基酸の-halfエステル；ジメチルマレイン酸、ジメチルフマル酸の如き不飽和二塩基酸エステル；アクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸、ケイヒ酸の如き - 不飽和酸；クロトン酸無水物、ケイヒ酸無水物の如き - 不飽和酸無水物、前記 - 不飽和酸と低級脂肪酸との無水物；アルケニルマロン酸、アルケニルグルタル酸、アルケニルアジピン酸、これらの酸無水物及びこれらのモノエステルの如きカルボキシル基を有するモノマーが挙げられる。

20

30

#### 【0062】

更に、2 - ヒドロキシエチルアクリレート、2 - ヒドロキシエチルメタクリレート、2 - ヒドロキシプロピルメタクリレートなどのアクリル酸またはメタクリル酸エステル類；4 - (1 - ヒドロキシ - 1 - メチルブチル) スチレン、4 - (1 - ヒドロキシ - 1 - メチルヘキシル) スチレンの如きヒドロキシ基を有するモノマーが挙げられる。

#### 【0063】

前記「ポリエステルユニット」とは、ポリエステルに由来する部分を意味し、ポリエステルユニットを構成する成分としては、アルコール成分と酸成分とがある。アルコール成分としては、2 価以上のアルコール成分が挙げられ、酸成分としては、2 価以上のカルボン酸、2 価以上のカルボン酸無水物及び 2 価以上のカルボン酸エステルが挙げられる。

40

#### 【0064】

2 価アルコールモノマー成分としては、ポリオキシプロピレン (2 . 2) - 2, 2 - ビス (4 - ヒドロキシフェニル) プロパン、ポリオキシプロピレン (3 . 3) - 2, 2 - ビス (4 - ヒドロキシフェニル) プロパン、ポリオキシエチレン (2 . 0) - 2, 2 - ビス (4 - ヒドロキシフェニル) プロパン、ポリオキシプロピレン (2 . 0) - ポリオキシエチレン (2 . 0) - 2, 2 - ビス (4 - ヒドロキシフェニル) プロパン、ポリオキシプロピレン (6) - 2, 2 - ビス (4 - ヒドロキシフェニル) プロパン等のビスフェノール A のアルキレンオキシド付加物、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、1, 2 - プロピレングリコール、1, 3 - プロピレングリコール、1, 4

50

- ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、1, 4 - ブテンジオール、1, 5 - ペンタンジオール、1, 6 - ヘキサジオール、1, 4 - シクロヘキサジメタノール、ジプロピレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリテトラメチレングリコール、ビスフェノール A、水素添加ビスフェノール A 等が挙げられる。

【0065】

3 価以上のアルコールモノマー成分としては、ソルビット、1, 2, 3, 6 - ヘキサントテロール、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 - ペンタントリオール、グリセリン、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 - トリヒドロキシメチルベンゼン等が挙げられる。

10

【0066】

2 価のカルボン酸モノマー成分としては、フタル酸、イソフタル酸及びテレフタル酸の如き芳香族ジカルボン酸類又はその無水物；コハク酸、アジピン酸、セバシン酸及びアゼライン酸の如きアルキルジカルボン酸類又はその無水物；炭素数 6 乃至 18 のアルキル基又はアルケニル基で置換されたコハク酸もしくはその無水物；フマル酸、マレイン酸及びシトラコン酸の如き不飽和ジカルボン酸類又はその無水物；が挙げられる。

【0067】

3 価以上のカルボン酸モノマー成分としては、トリメリット酸、ピロメリット酸、ベンゾフェノンテトラカルボン酸やその無水物等の多価カルボン酸等が挙げられる。

20

【0068】

また、その他のモノマーとしては、ノボラック型フェノール樹脂のオキシアルキレンエーテル等の多価アルコール類等が挙げられる。

【0069】

着色剤としては、以下のものが挙げられる。

【0070】

黒色着色剤としては、カーボンブラック；磁性体；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。

【0071】

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 . パットレッド 1、2、10、13、15、23、29、35 が挙げられる。

30

40

【0072】

着色剤には、顔料単独で使用してもかまわないが、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。

【0073】

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 . ディスパーズレッド 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、

50

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などの如きの塩基性染料。

【0074】

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。

【0075】

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。

【0076】

また、上記トナーにおいて、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）を熔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出来る。

【0077】

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、トナー帯電性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。

【0078】

測定方法に関して以下に説明する。

【0079】

<重量平均粒径（D4）の測定方法>

粉体粒子及びトナーの重量平均粒径（D4）は、以下のようにして算出する。測定装置としては、100 μmのアパーチャーチューブを備えた細孔電気抵抗法による精密粒度分布測定装置「コールター・カウンター Multisizer 3」（登録商標、ベックマン・コールター社製）を用いる。測定条件の設定及び測定データの解析は、付属の専用ソフト「ベックマン・コールター Multisizer 3 Version 3.51」（ベックマン・コールター社製）を用いる。尚、測定は実効測定チャンネル数2万5千チャンネルで行う。

【0080】

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。

【0081】

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。

【0082】

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

10

20

30

40

50

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  $1600\ \mu\text{A}$  に、ゲインを 2 に、電解液を I S O T O N I I に設定し、「測定後のアパーチャーチューブのフラッシュ」にチェックを入れる。

#### 【0083】

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

#### 【0084】

具体的な測定法は以下の通りである。

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

(2) ガラス製の  $100\text{ml}$  平底ビーカーに前記電解水溶液約  $30\text{ml}$  を入れる。この中に分散剤として「コンタミノン N」(非イオン界面活性剤、陰イオン界面活性剤、有機ビルダーからなる pH 7 の精密測定器洗浄用中性洗剤の 10 質量%水溶液、和光純薬工業社製)をイオン交換水で約 3 質量倍に希釈した希釈液を約  $0.3\text{ml}$  加える。

(3) 発振周波数  $50\text{kHz}$  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  $120\text{W}$  の超音波分散器「Ultrasonic Dispersion System Tetora 150」(日科機バイオス社製)を準備する。超音波分散器の水槽内に約  $3.3\text{l}$  のイオン交換水を入れ、この水槽中にコンタミノン N を約  $2\text{ml}$  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。

(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  $10\text{mg}$  を少量ずつ前記電解水溶液に添加し、分散させる。そして、更に 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い、重量平均粒径 ( $D_4$ ) 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 ( $D_4$ ) である。

#### 【0085】

< 微粉量の算出方法 >

粉体粒子中又はトナー中の個数基準の微粉量 (個数 %) は、前記の Multi sizer 3 の測定を行った後、データを解析することにより算出する。

#### 【0086】

例えば、トナー中の  $4.0\ \mu\text{m}$  以下の粒子の個数 % は、以下の手順で算出する。まず、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 % 表示とする。そして、「書式 / 粒径 / 粒径統計」画面における粒径設定部分の「<」にチェックし、その下の粒径入力部に「4」を入力する。「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。

#### 【0087】

< 粗粉量の算出方法 >

粉体粒子中又はトナー中の体積基準の粗粉量 (体積 %) は、前記の Multi sizer 3 の測定を行った後、データを解析することにより算出する。

#### 【0088】

例えば、トナー中の  $10.0\ \mu\text{m}$  以上の粒子の体積 % は、以下の手順で算出する。まず

、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％表示とする。そして、「書式／粒径／粒径統計」画面における粒径設定部分の「>」にチェックし、その下の粒径入力部に「10」を入力する。「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。

#### 【0089】

<平均円形度の測定方法>

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

#### 【0090】

具体的な測定方法は、以下の通りである。まず、ガラス製の容器中に予め不純固形物などを除去したイオン交換水約20mlを入れる。この中に分散剤として「コンタミノンN」（非イオン界面活性剤、陰イオン界面活性剤、有機ビルダーからなるpH7の精密測定器洗浄用中性洗剤の10質量％水溶液、和光純薬工業社製）をイオン交換水で約3質量倍に希釈した希釈液を約0.2ml加える。更に測定試料を約0.02g加え、超音波分散器を用いて2分間分散処理を行い、測定用の分散液とする。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。超音波分散器としては、発振周波数50kHz、電氣的出力150Wの卓上型の超音波洗浄器分散器（「VS-150」（ヴェルヴォクリア社製））を用い、水槽内には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。

#### 【0091】

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）を使用した。前記手順に従い調整した分散液を前記フロー式粒子像分析装置に導入し、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する。そして、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1.985  $\mu\text{m}$ 以上39.69  $\mu\text{m}$ 未満に限定し、トナー又は粉体粒子の平均円形度を求める。

#### 【0092】

測定にあたっては、測定開始前に標準ラテックス粒子（Duke Scientific社製の「RESEARCH AND TEST PARTICLES Latex Microsphere Suspensions 5200A」をイオン交換水で希釈）を用いて自動焦点調整を行う。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。

#### 【0093】

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た。解析粒子径を円相当径1.985  $\mu\text{m}$ 以上39.69  $\mu\text{m}$ 未満に限定した以外は、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。

#### 【実施例】

#### 【0094】

〔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た。

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

#### 【0095】

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。

## 【0096】

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(M<sub>w</sub>)82400、数平均分子量(M<sub>n</sub>)3300、ピーク分子量(M<sub>p</sub>)8450、ガラス転移温度(T<sub>g</sub>)は63、軟化点(1/2法)は110であった。

## 【0097】

(トナー粒子の製造例)

ポリエステル樹脂1:	100質量部	
パラフィンワックス:	5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	10
C.I.ピグメントブルー15:3:	5質量部	

上記の処方材料をヘンシェルミキサーFM-75型(三井三池化工機社製)で混合した後、温度を120に設定した二軸混練機PCM-30型(池貝鉄工社製)にて混練した。得られた混練物を冷却し、ハンマーミルにて1mm以下に粗粉碎し、トナー粗砕物とし、得られたトナー粗砕物を、機械式粉碎機T-250(ターボ工業社製)にて粉碎し、トナー微粒子を得た。続いて、得られたトナー微粒子を、コアンダ効果を利用した多分割分級機により分級した。

## 【0098】

このとき得られたトナー粒子は、重量平均径(D<sub>4</sub>)が6.0μm、4.0μm以下の粒子の割合が30個数%、10.0μm以上の粒子の割合が0.5体積%であった。また、得られたトナー粒子をFPIA3000にて円形度を測定した結果、平均円形度が0.941であった。以下、これをトナー粒子Aとする。

## 【0099】

更に、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50.0m/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:	3.0質量部	
(ゾルゲル法で作成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。)		
酸化チタン:	0.5質量部	30
(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。)		

## 【0100】

〔実施例1〕

図1に示す熱処理装置を用いてトナー粒子の熱処理を行った。原料供給手段は、図2に示す様に、原料供給分岐流路が8方向に分岐したものをを用いた。ここで、図2の8つの流路を有する原料供給手段の内部構造について述べる。供給管5の内径は直径50mmであり、熱処理装置の供給口14(直径50mm)と配管で接続される。また、図2の原料供給手段は、粉体粒子を供給管5へ分割導入する為に三角形状のエッジを8個配している。分配部材4は円錐形状であって、高さ40mm、直径40のものを用いた。原料供給手段導入管内部には、図3に示す分散エアー供給部材を用いた。分散エアー供給口からエアーを導入した。さらに、各原料供給経路における流量を均一にするため、図4に記載の流量調整機構を用い、各流路の流速を10.0m/sになるように調整した。熱処理装置の処理室の内径は直径450mm、規制手段(柱状部材9)の外径は直径320mmとした。

## 【0101】

上記構成の装置を用いて、トナー粒子Aを以下条件で熱処理した。

## 【0102】

このときの運転条件は、フィード量=150kg/hr、熱風温度=165、熱風風量=27.0m<sup>3</sup>/min、冷風総量=14.0m<sup>3</sup>/min(冷風供給手段8-1:6.0m<sup>3</sup>/min、冷風供給手段8-2:2.0m<sup>3</sup>/min、冷風供給手段8-3:6.0

10

20

30

40

50

$\text{m}^3/\text{min}$ )、圧縮気体風量 =  $3.0 \text{ m}^3/\text{min}$ 、分散エア量 =  $1.5 \text{ m}^3/\text{min}$ 、ブロー風量 =  $50.0 \text{ m}^3/\text{min}$ であった。また、流量調整機構によって各供給口の流速を  $10.0 \pm 0.1 \text{ m/s}$  の範囲内に調整し、運転時間は1時間とした。原料供給手段の構成を表1に、原料供給手段の供給管の流路A乃至Hの流速を表2に示す。

#### 【0103】

このとき得られた熱処理粒子の粒度分布は、重量平均径が  $6.3 \mu\text{m}$  であり、粒径  $4.0 \mu\text{m}$  以下の粒子の割合が  $27.5$  個数%であり、 $10.0 \mu\text{m}$  以上の粒子の割合が  $3.1$  体積%であり、平均円形度は  $0.968$  であった。更に円形度分布の頻度における  $0.990$  以上の頻度は  $24.4\%$  であった。更に、原料定量供給手段は1台であり、占有スペースは  $1.5 \text{ m}^2$  であった。

10

#### 【0104】

実施例1について、以下の項目について評価を行った。

#### 【0105】

<平均円形度に対する評価>

得られた熱処理粒子の平均円形度  $e$  について以下の基準で評価した。

A:  $0.965 \leq e$

B:  $0.960 \leq e < 0.965$

C:  $e < 0.960$

#### 【0106】

<粗粉量に対する評価>

20

得られた熱処理粒子に含有される粗粉量の指標として、熱処理粒子中の粒径  $10.0 \mu\text{m}$  以上の粒子の割合  $s$  (体積%) について下記の基準で判断した。

A:  $s < 5.0$

B:  $5.0 \leq s < 10.0$

C:  $10.0 \leq s < 15.0$

D:  $15.0 \leq s < 20.0$

E:  $s \geq 20.0$

#### 【0107】

<円形度  $0.990$  以上の粒子の頻度に対する評価>

上記母体粒子に対して、処理量を  $150 \text{ kg/hr}$  として、平均円形度  $0.970$  の熱処理粒子が得られるように熱処理した。そして、得られた熱処理粒子中における、円形度  $0.990$  以上の粒子の頻度  $b$  (%) について、以下の基準で評価した。

30

A:  $b < 25.0$

B:  $25.0 \leq b < 30.0$

C:  $30.0 \leq b < 35.0$

D:  $35.0 \leq b < 40.0$

E:  $b \geq 40.0$

#### 【0108】

<定量供給機の占有スペースについて評価>

原料定量供給機の設置台数1台あたりの占有スペースを  $1.5 \text{ m}^2$  として、定量供給機の占有スペースを算出した。同一処理量に要する定量供給機の占有スペースが増えるほど、スペース効率は低下する。

40

#### 【0109】

これら結果と評価を表3にまとめた。

#### 【0110】

〔実施例2〕

図1に示す熱処理装置を用い、流量調整機構で各供給口の流速を  $10.0 \pm 0.3 \text{ m/s}$  以内に調整する以外は、実施例1と同様にしてトナー粒子Aの熱処理を行った。原料供給手段の構成を表1に、原料供給手段の供給管の流路A乃至Hの流速を表2に、得られた熱処理粒子の粒径と評価を表3にまとめた。

50

## 【 0 1 1 1 】

## 〔 実施例 3 〕

図 1 に示す熱処理装置を用い、流量調整機構で各供給口の流速を  $10.0 \pm 0.5 \text{ m/s}$  以内に調整する以外は、実施例 1 と同様にしてトナー粒子 A の熱処理を行った。原料供給手段の構成を表 1 に、原料供給手段の供給管の流路 A 乃至 H の流速を表 2 に、得られた熱処理粒子の粒径と評価を表 3 にまとめた。

## 【 0 1 1 2 】

## 〔 実施例 4 〕

図 1 に示す熱処理装置を用い、処理量を  $170 \text{ kg/h}$  にする以外は実施例 1 と同様の条件でトナー粒子 A の熱処理を行った。

10

## 【 0 1 1 3 】

原料供給手段の構成を表 1 に、原料供給手段の供給管の流路 A 乃至 H の流速を表 2 に、得られた熱処理粒子の粒径と評価を表 3 にまとめた。

## 【 0 1 1 4 】

## 〔 実施例 5 〕

図 1 に示す熱処理装置を用い、図 3 における分散エアー供給部材 16 を取り除く以外は実施例 1 と同様にして、トナー粒子 A の熱処理を行った。原料供給手段の構成を表 1 に、原料供給手段の供給管の流路 A 乃至 H の流速を表 2 に、得られた熱処理粒子の粒径と評価を表 3 にまとめた。

20

## 【 0 1 1 5 】

## 〔 実施例 6 〕

図 1 に示す熱処理装置を用い、原料供給手段の供給口の流速を調整しない事以外は実施例 5 と同様にトナー粒子 A の熱処理を行った。原料供給手段の構成を表 1 に、原料供給手段の供給管の流路 A 乃至 H の流速を表 2 に、得られた熱処理粒子の粒径と評価を表 3 にまとめた。

## 【 0 1 1 6 】

## 〔 実施例 7 〕

図 1 に示す熱処理装置を用い、分散エアーの流量を  $1.0 \text{ m}^3/\text{min}$  にする以外は実施例 6 と同様にトナー粒子 A の熱処理を行った。原料供給手段の構成を表 1 に、原料供給手段の供給管の流路 A 乃至 H の流速を表 2 に、得られた熱処理粒子の粒径と評価を表 3 にまとめた。

30

## 【 0 1 1 7 】

## 〔 実施例 8 〕

図 1 に示す熱処理装置を用い、分散エアーの流量を  $0.5 \text{ m}^3/\text{min}$  にする以外は実施例 6 と同様にトナー粒子 A の熱処理を行った。原料供給手段の構成を表 1 に、原料供給手段の供給管の流路 A 乃至 H の流速を表 2 に、得られた熱処理粒子の粒径と評価を表 3 にまとめた。

## 【 0 1 1 8 】

## 〔 実施例 9 〕

拡散部材、流量調整機構を具備せず且つ分散エアーを供給しないこと以外は実施例 1 と同様の熱処理装置を用いてトナー粒子 A の熱処理を行った。原料供給手段の構成を表 1 に、原料供給手段の供給管の流路 A 乃至 H の流速を表 2 に、得られた熱処理粒子の粒径と評価を表 3 にまとめた。

40

## 【 0 1 1 9 】

## 〔 実施例 10 〕

原料供給手段の流路の数を 4 口の構成（図 2 の 8 つの流路のうち、1 つおきに流路を密閉し、残り 4 つの流路を開放した）にすること以外は実施例 9 と同様の熱処理装置を用いてトナー粒子 A の熱処理を行った。原料供給手段の構成を表 1 に、原料供給手段の供給管の流路 A、C、E、G の流速を表 2 に、得られた熱処理粒子の粒径と評価を表 3 にまとめた。

50



## 【 0 1 2 0 】

## 〔 実施例 1 1 〕

原料供給手段の流路の数を 2 口の構成（図 2 の 8 つの流路のうち、対向する 2 つの流路のみを開放し、それ以外の流路は密閉した）にすること以外は実施例 9 と同様の熱処理装置を用いてトナー粒子 A の熱処理を行った。原料供給手段の構成を表 1 に、原料供給手段の供給管の流路 A、E の流速を表 2 に、得られた熱処理粒子の粒径と評価を表 3 にまとめた。

## 【 0 1 2 1 】

## 〔 比較例 1 〕

図 8 に示す熱処理装置を用いてトナー粒子 A の熱処理を行った。原料供給手段としては、図 8 に記載した分岐管 19 を 7 個用いて原料供給分岐流路を 8 方向に分岐させたものを用いた。その他は実施例 9 と同様の条件でトナー粒子 A の熱処理をおこなった。原料供給手段の構成を表 1 に、原料供給手段の供給管の流路 A 乃至 H の流速を表 2 に、得られた熱処理粒子の粒径と評価を表 3 にまとめた。

10

## 【 0 1 2 2 】

## 〔 比較例 2 〕

原料供給手段はとして、分岐管 19 を 3 個用いて原料供給分岐流路を 4 方向に分岐させたものを用い、その他の構成は比較例 1 と同様の条件でトナー粒子 A の熱処理を行った。原料供給手段の構成を表 1 に、原料供給手段の供給管の流路 A、C、E、G の流速を表 2 に、得られた熱処理粒子の粒径と評価を表 3 にまとめた。

20

## 【 0 1 2 3 】

## 〔 比較例 3 〕

図 9 に示す原料定量供給機を 8 台具備した熱処理装置を用いてトナー粒子 A の熱処理を行った。各定量供給機の供給量は  $18.8 \text{ kg/h}$ （8 台合計で  $150 \text{ kg/h}$ ）、圧縮エア量は  $0.5 \text{ m}^3$  に調整した。その他は実施例 9 と同様の条件でトナー粒子 A の熱処理を行った。

## 【 0 1 2 4 】

原料供給手段の構成を表 1 に、原料供給手段の供給管の流路 A 乃至 H の流速を表 2 に、得られた熱処理粒子の粒径と評価を表 3 にまとめた。

## 【 0 1 2 5 】

## 〔 実施例 1 2 乃至 2 2 及び比較例 4 乃至 6 〕

実施例 1 乃至 1 1 及び比較例 1 乃至 3 の各製造条件において、得られる熱処理粒子の平均円形度が  $0.970$  となるように、熱風温度を調整した。そして、得られた熱処理粒子における円形度  $0.990$  以上の粒子の頻度について上記の様に評価した。その際の熱風温度と評価結果を表 4 にまとめた。

30

## 【 0 1 2 6 】

## 〔 参考例 1 〕

流量調整機構により、各供給口の流速の変化幅を  $\pm 1.0 \text{ m/s}$  にする以外は実施例 1 と同様の条件でトナー粒子 A の熱処理をおこなった。原料供給手段の構成を表 1 に、原料供給手段の供給口の流速を表 2 に、得られた熱処理トナー粒子の粒径と評価を表 3 にまとめた。尚、本参考例は、通常の原料供給手段では起こり得ない範囲まで流速が変動した場合の影響を明確にする目的で行われたものである。

40

## 【 0 1 2 7 】

【表 1】

	流路の数	分散エア-	分散エア-量 (m <sup>3</sup> /min)	流量調整機構	流量調整範囲 (m/s)	拡散部材
実施例1	8	有り	1.5	有り	10.0±0.1	有り
実施例2	8	有り	1.5	有り	10.0±0.3	有り
実施例3	8	有り	1.5	有り	10.0±0.5	有り
実施例4	8	有り	1.5	有り	10.0±0.1	有り
実施例5	8	有り	1.5	有り	10.0±0.1	—
実施例6	8	有り	1.5	—	—	—
実施例7	8	有り	1.0	—	—	—
実施例8	8	有り	0.5	—	—	—
実施例9	8	無し	—	—	—	—
実施例10	4	無し	—	—	—	—
実施例11	2	無し	—	—	—	—
比較例1	—	無し	—	—	—	—
比較例2	—	無し	—	—	—	—
比較例3	—	無し	—	—	—	—
参考例1	8	有り	—	—	10.0±1.0	—

10

20

【 0 1 2 8 】

【表 2】

	A	B	C	D	E	F	G	H
実施例 1	10.0	10.1	10.0	9.9	10.0	10.0	9.9	10.1
実施例 2	10.0	10.2	10.1	9.8	10.3	9.7	9.9	10.1
実施例 3	10.0	10.2	10.5	9.6	10.5	9.5	10.2	10.1
実施例 4	10.0	10.1	10.1	9.9	10.1	9.9	10.0	10.1
実施例 5	10.0	10.1	10.1	10.1	9.9	9.9	10.0	10.1
実施例 6	10.5	10.2	9.6	9.4	10.7	9.6	10.7	9.4
実施例 7	10.4	9.6	10.6	9.3	10.6	10.7	9.7	10.2
実施例 8	10.4	10.0	9.3	9.5	10.6	10.7	9.4	10.2
実施例 9	10.3	9.2	9.9	10.8	10.3	10.6	9.4	10.1
実施例 10	20.6	—	19.3	—	19.2	—	20.5	—
実施例 11	39.4	—	—	—	40.4	—	—	—
比較例 1	10.2	8.9	9.6	11.2	11.1	9.1	9.3	10.6
比較例 2	19.5	—	21.5	—	20.6	—	19.3	—
比較例 3	9.9	9.1	9.6	10.1	10.7	10.9	10.4	10.2
参考例 1	10.0	10.7	9.5	9.1	11.0	9.0	10.9	9.2

30

40

【 0 1 2 9 】

【表 3】

	篩-粒度			円形度		占有 スペース	評価結果	
	D4	4.0 $\mu\text{m}$ 以下	10.0 $\mu\text{m}$ 以上	平均 円形度	0.990 以上		粗粉量	円形度
	( $\mu\text{m}$ )	(個数%)	(体積%)		(%)			
実施例 1	6.3	27.5	3.1	0.968	24.4	1.5	A	A
実施例 2	6.3	27.8	3.8	0.968	24.6	1.5	A	A
実施例 3	6.4	27.4	5.1	0.967	24.6	1.5	B	A
実施例 4	6.4	27.6	5.5	0.965	23.9	1.5	B	A
実施例 5	6.4	27.3	3.9	0.967	24.2	1.5	A	A
実施例 6	6.4	27.4	4.2	0.965	23.8	1.5	A	A
実施例 7	6.5	27.6	5.8	0.966	24.3	1.5	B	A
実施例 8	6.7	26.2	8.8	0.966	24.8	1.5	B	A
実施例 9	6.9	25.8	10.5	0.964	23.3	1.5	C	B
実施例 10	7.2	24.9	12.1	0.962	23.4	1.5	C	B
実施例 11	7.3	24.8	14.2	0.960	23.1	1.5	C	B
比較例 1	9.1	22.9	23.2	0.959	21.8	1.5	E	C
比較例 2	8.5	23.1	23.6	0.960	21.9	1.5	E	B
比較例 3	7.9	24.1	16.8	0.967	25.4	12.0	D	A
参考例 1	8.1	23.1	18.8	0.967	25.9	1.5	D	A

【 0 1 3 0 】

【表 4】

	熱風温度	円形度		評価結果
		平均 円形度	0.990 以上	0.990 以上
	( $^{\circ}\text{C}$ )		(%)	
実施例 12	169	0.970	24.9	A
実施例 13	170	0.970	25.4	B
実施例 14	171	0.970	26.4	B
実施例 15	185	0.970	34.3	C
実施例 16	172	0.970	29.1	B
実施例 17	173	0.970	29.9	B
実施例 18	173	0.970	30.6	C
実施例 19	175	0.970	32.1	C
実施例 20	175	0.970	31.9	C
実施例 21	177	0.970	31.1	C
実施例 22	179	0.970	32.6	C
比較例 4	183	0.970	36.1	D
比較例 5	182	0.970	40.8	E
比較例 6	172	0.970	30.8	C

【符号の説明】

【 0 1 3 1 】

1 . 原料定量供給機、2 . 圧縮気体流量調整手段、3 . 導入管、4 . 突起状部材、5 . 供給管、6 . 処理室、7 . 熱風供給手段、8 . 冷風供給手段、9 . 柱状部材、10 . 回収手段、11 . 熱風供給手段出口、12 . 熱風分配部材、13 . 旋回部材、14 . 供給口、

10

20

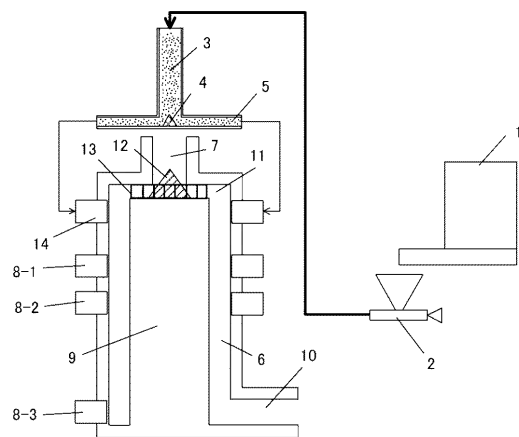
30

40

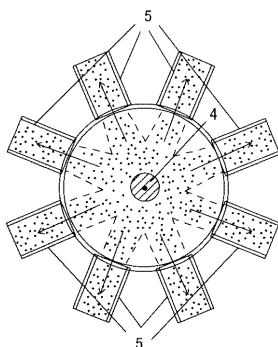
50

15．分散エア供給口、16．分散エア供給部材、17．流量調整機構、18．プレート、19．分岐管

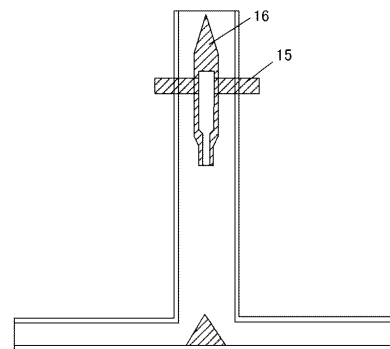
【図1】



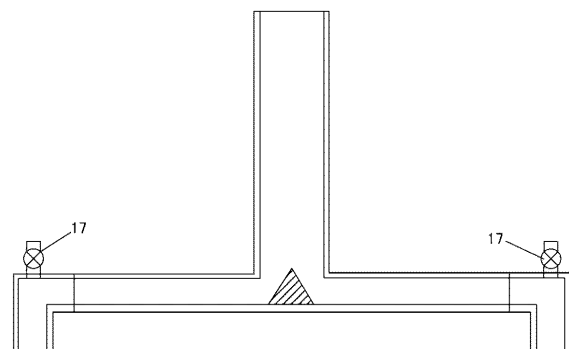
【図2】



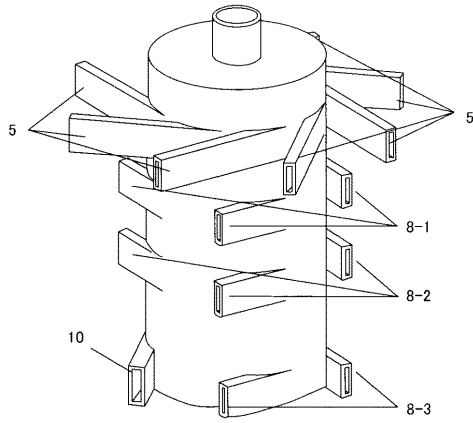
【図3】



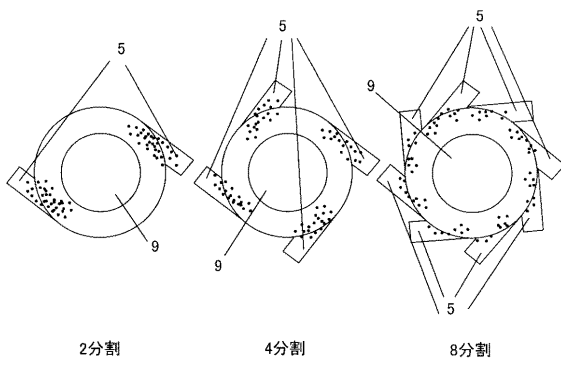
【図4】



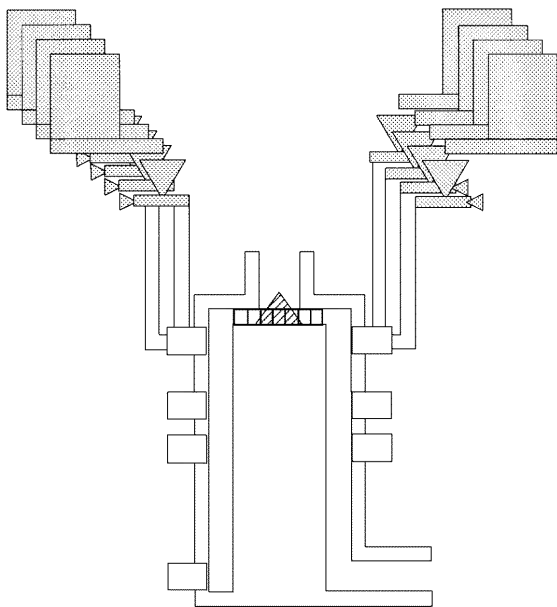
【図 5】



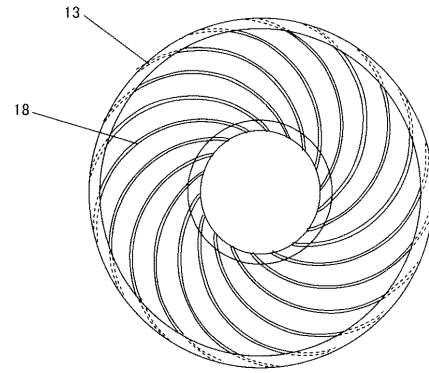
【図 6】



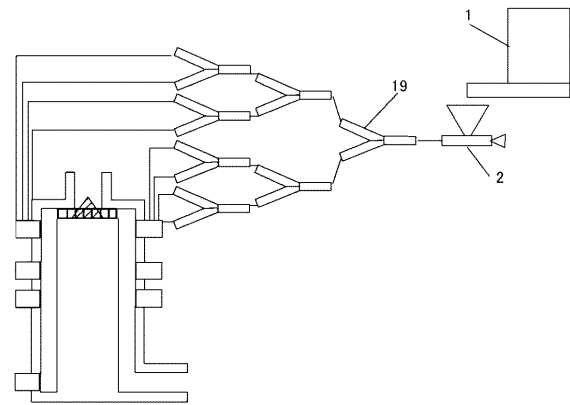
【図 9】



【図 7】



【図 8】



---

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 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2009-020386(JP,A)  
特開2000-029241(JP,A)  
特開平04-126534(JP,A)  
特開昭59-127662(JP,A)  
特開2013-003181(JP,A)  
特開2011-128487(JP,A)  
特開2011-128488(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G03G	9/00	-	9/16
B01J	2/16		