

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4455447号
(P4455447)

(45) 発行日 平成22年4月21日(2010.4.21)

(24) 登録日 平成22年2月12日(2010.2.12)

(51) Int.Cl.

F 1

G 0 3 G 9/087 (2006.01)

G 0 3 G 9/08 3 8 4

G 0 3 G 9/08 (2006.01)

G 0 3 G 9/08 3 6 5

G 0 3 G 9/08 3 7 5

請求項の数 3 (全 19 頁)

(21) 出願番号 特願2005-226161 (P2005-226161)
 (22) 出願日 平成17年8月4日(2005.8.4)
 (65) 公開番号 特開2007-41335 (P2007-41335A)
 (43) 公開日 平成19年2月15日(2007.2.15)
 審査請求日 平成20年8月1日(2008.8.1)

(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 敬介
 (74) 代理人 100110870
 弁理士 山口 芳広
 (72) 発明者 中川 義広
 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 文田 英和
 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 阿久津 弘

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 トナー粒子の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

離型剤の粒子を重合性単量体中に微分散させる工程を含み、この工程によって微分散させた離型剤を含む重合性単量体を水性媒体中に分散させて重合性単量体を重合してトナー粒子を製造する方法において、

前記離型剤の25 での針入度が10以下であり、

剪断力によって粉碎して分散させる攪拌装置を用いて、前記重合性単量体中に離型剤を分散させた粗分散液を調製し、

前記微分散させる工程が、前記粗分散液を、回転する攪拌部材およびこれを取り囲むように設置された該攪拌部材の回転軸と同心の円形断面を有する処理容器からなり、前記攪拌部材の回転により生じる遠心力によって、前記粗分散液を前記処理容器の内壁へと圧着させて旋回する膜状として微分散を行う装置へ連続的に供給して離型剤の粒子を重合性単量体中に微分散する工程であり、

前記微分散させる工程の間中、離型剤の粒子を含有する重合性単量体の温度を60 以下に保ち、

前記攪拌部材の最外周部の周速が10 m / 秒以上かつ60 m / 秒以下であり、

前記微分散させる工程で得られた離型剤の微分散液を、再度微分散させる工程に供給して処理し、これを複数回繰り返す、

前記微分散させた離型剤は、粒径が2 μm以下の粒子の割合が体積基準で95%以上である

10

20

ことを特徴とするトナー粒子の製造方法。

【請求項 2】

前記離型剤の粗分散液中に分散された離型剤の体積基準のメジアン径が $200\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項 1 に記載のトナー粒子の製造方法。

【請求項 3】

前記離型剤の融点が 80°C 以上であることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載のトナー粒子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、電子写真法、静電記録法などに用いられる静電荷像を現像するためのトナー粒子の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

電子写真法に用いられるトナーの製造方法としては、熱可塑性樹脂中に染 / 顔料からなる着色剤を溶融混合し均一に分散した後、粗粉碎および微粉碎工程を経ることによりトナーを得る粉碎法が最も一般的に用いられてきた。この製造方法はかなり優れたトナーを製造し得るが、微粉碎工程で形成される粒子の粒度分布がブロードになり易く、分級工程が必須となるため、一般に歩留まりが悪くトナーの収率が低い。

【0003】

また、粉碎法では球形で表面が均一なトナーを作製することができず、流動性や摩擦帯電性の点で満足 of いくものを得ることが困難である。

【0004】

これら粉碎法によるトナーの問題点を克服するため、粉碎法によらない方法がいくつか提案されている。

【0005】

例えば有機溶媒に溶解した樹脂組成物を水性媒体中に分散懸濁した後、前記溶媒を除去することによりトナー粒子を得る方法がある。

【0006】

また、重合性単量体を液滴状に分散させ、重合を行うことにより直接トナー粒子を得る各種重合トナーやその製造方法が提案されている。たとえば、懸濁重合法では、重合性単量体、着色剤、離型剤、重合開始剤、更に必要に応じて架橋剤、荷電制御剤およびその他の添加剤を均一に溶解または分散せしめて重合性単量体組成物とした後、これを分散安定剤を含有する水性媒体中に適当な攪拌機を用いて分散し、重合反応を行わせて所望の粒径を有する重合体微粒子懸濁液を得る。重合体微粒子懸濁液は必要であれば酸またはアルカリで処理し分散安定剤を取り除いた後に、固液分離工程で水性媒体を分離してトナー粒子を得る。また、さらなる含水率の低減が必要な場合には、既知の乾燥手段によりトナー粒子中の水分の除去を行う。

【0007】

これらの方法によって得られるトナー粒子は球形で表面が均一であるため、流動性、転写性が良好で、多数回の連続現像を行っても良好な現像特性を示し、トナーへのストレスが少なく、感光体へのフィルミングの発生が少ないという特徴を有している。また、これらの方法は粉碎工程が全く含まれないため、得られるトナーの粒度分布がシャープなことから、分級工程が必要な場合でも高収率でトナーが得られる。

【0008】

感光体上に現像された後、紙などに転写されたトナーの定着性を高めるために、ワックス等の離型剤をトナー原料中に添加するが、粉碎法ではバインダー樹脂 100 質量部に対し、5 質量部程度の配合が限界であるのに対し、重合法ではさらに大きい割合で配合することが可能であり、かつ確実に内包化することができ、良好な定着性及び耐オフセット性が得られる。

10

20

30

40

50

【0009】

このとき、融点の低いワックスを用いれば低温でのトナーの可塑性が増し、低温領域での定着性が良くなる。一方、融点の高いワックスを用いれば高温での感光体からのトナーの離型性が増し、高温領域での定着性が良くなる。また同じトナー中に両者の特性を持たせるために、融点の異なる2種類以上のワックスを添加することもできる。

【0010】

重合トナーにワックスを配合させるには、ワックスの融点が重合工程時の温度より低い場合には、そのまま原料組成物に混合すればよいが、ワックスの融点が重合工程時の温度より高い場合には、ワックスが固体の状態を保つため、粗大なワックス塊等が発生し、トナーへの完全かつ均一な内包化が難しくなる。

10

【0011】

添加したワックスが完全にトナー中に内包化されず、一部がワックス塊などとしてトナーから遊離した状態で存在すると、それがわずかであってもトナー全体の流動性を著しく低下させる。あるいは、ワックス塊を核としたトナーの凝集を引き起こし、いずれの場合でも画像を形成した場合の画質の低下を引き起こす。

【0012】

また、ワックスがトナー中に完全に内包化されたとしても、その分布状態が均一でない場合にはトナー粒子ごとにワックス含有量が異なり、異なる性状を示すようになるため、やはり画像を形成した場合の画質の低下につながる。

20

【0013】

重合温度より融点の高いワックスをトナー中に完全かつ均一に内包化させるためには、高融点ワックスを微粉化または液状媒体中に微分散させたものを用いると容易である。このうち取り扱い易さの観点からは液状であることが好ましい。

【0014】

高融点ワックスの微分散液を製造する方法としては、高融点ワックスを有機溶媒などにワックスの融点以上の温度下で攪拌分散し、その後急冷することによりワックス微分散液を製造する方法が提案されている（例えば、特許文献1参照）。

【0015】

また、別の方法では高融点ワックスと有機溶媒の混合液を高圧でノズルなどから噴出させ、壁面に衝突させることによりワックス微分散液を得ている（例えば、特許文献2参照）。

30

【0016】

さらに別の方法では、重合性単量体などの有機溶媒に高融点ワックスの粗粒物を混合した後に、粉碎媒体を用いた攪拌ミルで微粉碎することによってワックス微分散液を得ている（例えば、特許文献3参照）。

【0017】

しかし、上記のいずれの方法においても、完全かつ均一にトナー中に内包化するのに十分なほど小さな粒径まで微分散できなかつたり、昇温が激しくて微分散したワックスが再凝集してしまつたり、微分散できたとしても所要時間が長すぎたりして実用的に十分とはいえないものであった。

40

【0018】

【特許文献1】特開平6-130723号公報（第4頁）

【特許文献2】特開平10-207116号公報（第7頁、図2、図3）

【特許文献3】特開平6-273977号公報（第3-4頁）

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0019】

本発明の目的は、高融点の離型剤が、十分に微粒化され、遊離することなく完全かつ均一に内包されたトナー粒子の製造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

50

【 0 0 2 0 】

本発明者らは上記課題を解決すべく鋭意検討を行った結果、以下の方法によれば、前述の離型剤分散液中の離型剤が十分に小さくかつ均一な分散粒径で微分散されることにより、重合トナー中に完全かつ均一に内包されうることを見出した。

【 0 0 2 1 】

本発明は、離型剤の粒子を重合性単量体中に微分散させる工程を含み、この工程によって微分散させた離型剤を含む重合性単量体を水性媒体中に分散させて重合性単量体を重合してトナー粒子を製造する方法において、

前記離型剤の25 での針入度が10以下であり、

剪断力によって粉碎して分散させる攪拌装置を用いて、前記重合性単量体中に離型剤を分散させた粗分散液を調製し、

前記微分散させる工程が、前記粗分散液を、回転する攪拌部材およびこれを取り囲むように設置された該攪拌部材の回転軸と同心の円形断面を有する処理容器からなり、前記攪拌部材の回転により生じる遠心力によって、前記粗分散液を前記処理容器の内壁へと圧着させて旋回する膜状として微分散を行う装置へ連続的に供給して離型剤の粒子を重合性単量体中に微分散する工程であり、

前記微分散させる工程の間中、離型剤の粒子を含有する重合性単量体の温度を60 以下に保ち、

前記攪拌部材の最外周部の周速が10 m / 秒以上かつ60 m / 秒以下であり、

前記微分散させる工程で得られた離型剤の微分散液を、再度微分散させる工程に供給して処理し、これを複数回繰り返す、

前記微分散させた離型剤は、粒径が2 μ m以下の粒子の割合が体積基準で95 %以上である

ことを特徴とするトナー粒子の製造方法に関する。

【 発明の効果 】

【 0 0 2 2 】

本発明によれば、高融点の離型剤が、十分に微粒化され、遊離することなく完全かつ均一に内包されたトナー粒子の製造方法を提供することにより、特に高温領域での定着性が改良された重合トナーを製造できる。

【 発明を実施するための最良の形態 】

【 0 0 2 3 】

本発明は乳化重合、分散重合、懸濁重合、シード重合などの各種重合法を用いた重合体微粒子の製造法に適用できる。乳化重合法は、水にほとんど不溶の単量体（モノマー）を乳化剤を用いて水溶性重合開始剤を含む水相中に分散させ、重合を行う方法である。分散重合法は、単量体は可溶であるが得られる重合体は不溶である有機溶剤を用い、重合の進行に伴い重合体微粒子を析出させる方法である。懸濁重合は機械的攪拌などの手段を用いて単量体を水性分散媒中に分散させながら重合を行って重合体微粒子を得る方法である。シード重合は一旦得られた重合体微粒子に更に単量体を吸収させた後、重合開始剤を用いて重合させる方法である。

【 0 0 2 4 】

本発明の製造方法は、上記各重合法の中でも懸濁重合法に特に好適に用いることができる。以下、本発明の製造方法の例として懸濁重合法による重合トナーの製造方法について説明する。

【 0 0 2 5 】

まず、少なくとも重合性単量体を含む液中に離型剤を投入し、高剪断力を有する攪拌装置を用いて粗分散工程を行う。このときの離型剤の分散粒径は200 μ m以下とすることが好ましい。離型剤の分散粒径が200 μ mより大きいと、その後の微分散工程で所望の粒径を得るために過大なエネルギーと時間を要し、生産効率が著しく悪化する。また、離型剤の分散粒径が200 μ mより大きいと、粗分散工程から微分散工程へと粗分散液を移送する際に沈降し、移送路の閉塞等を起こす可能性があり好ましくない。

【 0 0 2 6 】

前述の高剪断力を有する攪拌装置としては、タービン翼やエッジドタービン翼など通常の攪拌翼の中でも剪断力の大きいものや、ウルトラタラックス（I K A社製）、T・K・ホモミクサー（特殊機化工業社製）、T・K・フィルミックス（特殊機化工業社製）、クレアミックス（エム・テクニク社製）などの分散機を用いる。また、エバラマイルダー（荏原製作所社製）やキャピトロン（ユーロテック社製）、クレアSS5（エム・テクニク社製）などの連続式の分散機を用いてもよい。これらはワンパスで使うこともできれば、循環ラインを組んで複数回パスさせて使うこともできる。粗分散工程の間中、離型剤分散液の温度は、60以下に保たれていることが好ましい。離型剤分散液の温度が60より高いと、離型剤中の比較的分子量な成分が溶け出し、これが分散した離型剤粒子同士をくっつける作用をし、離型剤粒子の凝集を引き起こすため離型剤の分散粒径を200 μ m以下とすることが困難になる。

10

【 0 0 2 7 】

次に、離型剤の粗分散液を、回転する攪拌部材およびこれを取り囲むように設置された該攪拌部材の回転軸と同心の円形断面を有する処理容器からなり、前記攪拌部材の回転により生じる遠心力によって、処理液を該処理容器の内壁へと圧着させて旋回する膜状として分散を行う装置へ連続的に供給し、微分散工程を行い、離型剤の分散粒径が5 μ m以下である離型剤微分散液を得る。離型剤の分散粒径が5 μ mより大きいと、この離型剤分散液を用いてトナーを製造した場合に、トナー粒子中に内包しきれずに、トナー粒子が異形化したり、トナー表面に離型剤が露出し、帯電性が変化したり、トナー全体の流動性が悪くなったりするために好ましくない。

20

【 0 0 2 8 】

微分散させた離型剤の分散粒径が2 μ m以下の粒子の割合が体積基準で95%以上であると、これを用いてトナーを製造した場合に、トナー粒子中への離型剤の内包性がさらに高まるためより好ましい。

【 0 0 2 9 】

上記の微分散工程を行う装置としては、T・K・フィルミックス（特殊機化工業社製）が好適である。装置の要部断面図を図1に示す。図中符号5で表わされる液入口から導入された離型剤の粗分散液は、符号4のモーターで駆動される符号2の攪拌部材から与えられる遠心力により、符号1の処理容器の内壁に薄膜状に押しつけられ（符号7参照）、ここで剪断力を受けた後に膜厚を規制する符号3の堰板を越えて、符号6の液出口から排出される。T・K・フィルミックスは回分式で使用することもできるが、液を薄膜状にして処理するため、処理容器の大きさに比して一回当たりの処理量が小さいため、生産性が小さい。ワンパス、または循環ラインを組んで複数回パスさせる連続式として使用することが生産性の観点からは好ましい。

30

【 0 0 3 0 】

また、上記の微分散工程を行う装置に用いる攪拌部材の形状は、それが回転することによって生じる遠心力によって、処理容器内部の処理液が遠心力によって薄膜状に処理容器内壁に押しつけられるようなものであれば特に制限されないが、処理容器の中心軸と同心の円筒状であり、円筒の外表面から内表面へと通ずる開口部を少なくとも一つ以上有する形状のものが分散能力に優れている。攪拌部材の一例を図2に示す。

40

【 0 0 3 1 】

上記開口部の形状は特に限定されないが、直径が1mm以上5mm以下の円形であることが好ましい。開口部の直径が1mmより小さいと処理容器底部中心付近から導入された被処理液が、開口部を通過しづらくなるため、剪断力が発生する場所である処理容器内壁近傍へと供給されないままに処理容器外へと排出されてしまうため好ましくない。また、開口部の直径が5mm以上であると、処理容器内壁に押しつけられた処理液の薄膜に乱流混合が生じ、ずり応力によって発生する剪断力の妨げになるため好ましくない。

【 0 0 3 2 】

上記開口部の面積の総計の割合は円筒状の攪拌部材の外表面積に対して5%以上40%

50

以下であることが好ましい。攪拌部材の外表面積に対する割合が5%未満であると、処理容器底部中心付近から導入された被処理液が、開口部を通過しづらくなるため、剪断力が発生する場所である処理容器内壁近傍へと供給されないままに処理容器外へと排出されてしまうため好ましくない。また、攪拌部材の外表面積に対する割合が40%超であると、処理容器内壁に押しつけられた処理液の薄膜に乱流混合が生じ、ずり応力によって発生する剪断力の妨げになるため好ましくない。

【0033】

微分散工程の間の離型剤分散液の温度は、工程の間中60℃以下とすることが好ましい。温度が60℃より高くなると離型剤中の比較的低分子量な成分が溶け出し、これが分散した離型剤粒子同士をくっつける作用をし、離型剤粒子の凝集を引き起こすため離型剤の分散粒径を5μm以下とすることが困難になる。

10

【0034】

前述の攪拌部材はその最外周部の周速が10m/秒以上かつ60m/秒以下であることが好ましい。最外周部の周速が10m/秒より小さいと処理液に与える遠心力が小さすぎて処理容器内壁に薄膜状に押しつけることができなくなるか、できたとしても薄膜状になった処理液に充分なずり応力を与えることができないため、必要な分散能力が得られない。また、60m/秒より大きいと処理液の温度を60℃以下に保つことが困難となるため、前述の理由からやはり好ましくない。

【0035】

少なくとも重合性単量体および着色剤からなる重合性単量体組成物に、上記の微分散工程より得られた離型剤微分散液を添加しこれを分散相とする。

20

【0036】

一方、懸濁安定剤を含む水性分散媒を調製しこれを連続相とする。上記分散相をこの連続相に投入し、ウルトララックス（IKA社製）、T.K.ホモミキサー（特殊機化工業社製）、T.K.フィルミックス（特殊機化工業社製）、クレアミックス（エム・テック社製）、エバラマイルダー（荏原製作所社製）、キャビトロン（ユーロテック社製）などの高剪断力を有する攪拌機や超音波分散機等の分散手段により分散させ、重合性単量体組成物分散液とする。または、シラスポーラスガラスなどの多孔質体を用い、連続相中に分散相を圧入することにより重合性単量体組成物分散液を得ることもできる。

【0037】

30

これらの手段により得られた重合性単量体組成物分散液を引き続き重合工程に導入することにより重合体微粒子分散液を得る。本発明における重合工程には温度調節可能な一般的な攪拌槽を用いることができる。

【0038】

攪拌槽に用いられる攪拌翼は重合性単量体組成物分散液を滞留させることなく浮遊させ、かつ槽内の温度を均一に保てるようなものならばどのようなものを用いても良く、パドル翼、傾斜パドル翼、三枚後退翼、プロペラ翼、ディスクタービン翼、ヘリカルリボン翼、アンカー翼、フルゾーン（神鋼パンテック社製）、ツインスター（神鋼パンテック社製）、マックスブレンド（住友重機社製）、スーパーミックス（佐竹化学機械工業社製）、Hi-Fミキサー（綜研化学社製）などを用いることができる。

40

【0039】

上述の重合工程に用いられる装置を構成する各部材の材質としてはステンレス鋼、ガラス、FRP、セラミックなど通常使用されるものを用いることができる。また、これらの表面は電解研磨、フッ素樹脂コーティング、グラスライニングなどの処理が施されていてもよい。

【0040】

重合温度は40℃以上、一般的には50～90℃で行われる。重合温度は終始一定でもよいが、所望の分子量分布を得る目的で重合工程後半に昇温してもよい。

【0041】

未反応の重合性単量体や副生成物等の揮発性不純物を除去するために、重合工程終了後

50

に一部水性分散媒を蒸留工程により留去してもよい。蒸留工程は常圧もしくは減圧下で行うことができる。

【 0 0 4 2 】

重合体微粒子表面に付着した分散安定剤を除去する目的で、重合体微粒子分散液を酸またはアルカリで処理をすることもできる。この後、一般的な固液分離法により重合体微粒子は液相と分離されるが、酸またはアルカリおよびそれに溶解した分散安定剤成分を完全に取り除くため、再度水を添加して重合体微粒子を洗浄する。この工程を何度か繰り返し、十分な洗浄が行われた後に、再び固液分離してトナー粒子を得る。得られたトナー粒子は必要であれば公知の乾燥手段により乾燥される。

【 0 0 4 3 】

本発明の製造方法により得られるトナーは、上述した重合法により得られるトナー粒子のみからなるものであってもよいし、必要に応じて他の添加剤をトナー粒子に外添して得られるものであってもよい。また、上記トナー粒子とキャリアとを混合して二成分トナーとしたものであってもよい。

【 0 0 4 4 】

本発明のトナーに好適に用いられる重合性単量体としては、ラジカル重合が可能なビニル系重合性単量体が用いられる。該ビニル系重合性単量体としては、単官能性重合性単量体または多官能性重合性単量体を使用することが出来る。単官能性重合性単量体としてはスチレン、 α -メチルスチレン、 β -メチルスチレン、 γ -メチルスチレン、 m -メチルスチレン、 p -メチルスチレン、2,4-ジメチルスチレン、 p - n -ブチルスチレン、 p - $tert$ -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 -フェニルスチレンの如きスチレン誘導體類；メチルアクリレート、エチルアクリレート、 n -プロピルアクリレート、 iso -プロピルアクリレート、 n -ブチルアクリレート、 iso -ブチルアクリレート、 $tert$ -ブチルアクリレート、 n -アミルアクリレート、 n -ヘキシルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、 n -オクチルアクリレート、 n -ノニルアクリレート、シクロヘキシルアクリレート、ベンジルアクリレート、ジメチルフォスフェートエチルアクリレート、ジエチルフォスフェートエチルアクリレート、ジブチルフォスフェートエチルアクリレート、2-ベンゾイルオキシエチルアクリレートの如きアクリル系重合性単量体類；メチルメタクリレート、エチルメタクリレート、 n -プロピルメタクリレート、 iso -プロピルメタクリレート、 n -ブチルメタクリレート、 iso -ブチルメタクリレート、 $tert$ -ブチルメタクリレート、 n -アミルメタクリレート、 n -ヘキシルメタクリレート、2-エチルヘキシルメタクリレート、 n -オクチルメタクリレート、 n -ノニルメタクリレート、ジエチルフォスフェートエチルメタクリレート、ジブチルフォスフェートエチルメタクリレートの如きメタクリル系重合性単量体類；メチレン脂肪族モノカルボン酸エステル、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、酪酸ビニル、安息香酸ビニル、ギ酸ビニルの如きビニルエステル類；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、ビニルイソプロピルケトンの如きビニルケトン類などが挙げられる。

【 0 0 4 5 】

多官能性重合性単量体としては、ジエチレングリコールジアクリレート、トリエチレングリコールジアクリレート、テトラエチレングリコールジアクリレート、ポリエチレングリコールジアクリレート、1,6-ヘキサンジオールジアクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート、トリプロピレングリコールジアクリレート、ポリプロピレングリコールジアクリレート、2,2'-ビス(4-(アクリロキシジエトキシ)フェニル)プロパン、トリメチロールプロパントリアクリレート、テトラメチロールメタンテトラアクリレート、エチレングリコールジメタクリレート、ジエチレングリコールジメタクリレート、トリエチレングリコールジメタクリレート、テトラエチレングリコールジメタクリレート、ポリエチレングリコールジメタクリレート、1,3-ブチレングリコールジメタク

10

20

30

40

50

リレート、1, 6-ヘキサンジオールジメタクリレート、ネオペンチルグリコールジメタクリレート、ポリプロピレングリコールジメタクリレート、2, 2'-ビス(4-(メタクリロキシジエトキシ)フェニル)プロパン、2, 2'-ビス(4-(メタクリロキシポリエトキシ)フェニル)プロパン、トリメチロールプロパントリメタクリレート、テトラメチロールメタンテトラメタクリレート、ジビニルベンゼン、ジビニルナフタリン、ジビニルエーテル等が挙げられる。

【0046】

本発明においては、上記した単官能性重合性単量体を単独、あるいは2種以上組み合わせて、または上記した単官能性重合性単量体と多官能性重合性単量体を組み合わせて使用する。上述の単量体の中でもスチレンまたはスチレン誘導体を単独もしくは混合して、またはそれらとほかの単量体と混合して使用することがトナーの現像特性及び耐久性などの点から好ましい。

10

【0047】

本発明で用いられる着色剤としては、例えばカーボンブラック、鉄黒の他、C.I.ダイレクトレッド1、C.I.ダイレクトレッド4、C.I.アシッドレッド1、C.I.ベーシックレッド1、C.I.モダントレッド30、C.I.ダイレクトブルー1、C.I.ダイレクトブルー2、C.I.アシッドブルー9、C.I.アシッドブルー15、C.I.ベーシックブルー3、C.I.ベーシックブルー5、C.I.モダントブルー7、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の如き染料、黄鉛、カドミウムイエロー、ミネラルファストイエロー、ネーブルイエロー、ナフトールイエローS、ハンザイエローG、パーマネントイエローNCG、タートラジンレーキ、モリブデンオレンジ、パーマネントオレンジGTR、ベンジンオレンジG、カドミウムレッド、パーマネントレッド4R、ウォッチングレッドカルシウム塩、ブリリアントカーミン3B、ファストバイオレットB、メチルバイオレットレーキ、紺青、コバルトブルー、アルカリブルーレーキ、ビクトリアブルーレーキ、キナクリドン、ローダミンレーキ、フタロシアニンブルー、ファーストスカイブルー、ピグメントグリーンB、マラカイトグリーンレーキ、ファイナルイエローグリーンGの如き顔料が挙げられる。

20

【0048】

着色剤を選択する上で、着色剤の持つ重合阻害性や水相移行性に注意を払う必要がある。特に染料やカーボンブラックは重合阻害性を有しているものが多いので使用の際に注意を要する。好ましくはこれらに表面改質、例えば重合阻害のない物質による疎水化処理を施しておいたほうが良い。染料を表面処理する方法としては、予めこれら染料の存在下に重合性単量体を重合させる方法が挙げられ、得られた着色重合体を重合性単量体組成物に添加する。さらにカーボンブラックについては上記染料と同様の処理の他、カーボンブラックの表面官能基と反応する物質、例えばポリオルガノシロキサンでグラフト処理を行ってもよい。

30

【0049】

本発明で用いられる離型剤としては室温で固体状態のワックスがトナーの耐ブロッキング性、多数枚耐久性、低温定着性、耐オフセット性の点でよい。

40

【0050】

ワックスとしてはパラフィンワックス、ポリオレフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、フィッシュアトロブッシュワックスの如きポリメチレンワックス、アミドワックス、高級脂肪酸、長鎖アルコール、エステルワックス及びこれらのグラフト化合物、ブロック化合物の如き誘導体が挙げられる。これらは低分子量成分が除去されており、示差走査熱量計によって得られる吸熱曲線の最大吸熱ピークがシャープなものが好ましい。

【0051】

このうち好ましく用いられるワックスは融点が80以上のものである。融点が80より小さいワックスでは、重合工程時の重合温度によって、一度微分散されたワックスが熱凝集を引き起こし、分散粒径が大きくなってしまいうため好ましくない。

50

【 0 0 5 2 】

また、本発明で用いられるワックスは、J I S K 2 2 3 5 (1 9 9 1) に規定された試験法に準じて測定される25での針入度が10以下のものである。25での針入度が10より大きいワックスの場合、脆性が不足であるため粗分散工程の際、前述の高剪断力を有する攪拌装置のような簡易な分散装置では十分な分散を行うことができず、高圧分散機のような大規模な装置や、加熱溶解してから冷却のような煩雑な手段を用いる必要が生じるため、やはり好ましくない。

【 0 0 5 3 】

本発明においては、トナー粒子の可塑性を増し、低温領域での定着性をよくするために、融点が80より小さい第2の離型剤を併用することができる。

10

【 0 0 5 4 】

第2の離型剤としては炭素数15～100個の直鎖状のアルキルアルコール、直鎖状脂肪酸、直鎖状酸アミド、直鎖状エステルあるいはモンタン系誘導体のワックスが好ましく用いられる。これらのワックスから液状脂肪酸の如き不純物を予め除去してあるものはより好ましい。

【 0 0 5 5 】

OHPに定着した画像の透光性を向上させるためには特に直鎖状エステルワックスが好適に用いられる。

【 0 0 5 6 】

直鎖状エステルワックスは重合性単量体100質量部に対して1～40質量部、より好ましくは4～30質量部含有されるのがよい。

20

【 0 0 5 7 】

本発明により製造されるトナーは荷電制御剤を含有してもよい。荷電制御剤としては公知のものが利用できるが、例えばトナーを負荷電性に制御するものとしては、有機金属化合物、キレート化合物が有効であり、モノアゾ系染料金属化合物、アセチルアセトン金属化合物、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、無水物、エステル類、ビスフェノール等のフェノール誘導体類などがある。

【 0 0 5 8 】

また、尿素誘導体、含金属サリチル酸系化合物、4級アンモニウム塩、カリックスアレーン、ケイ素化合物、スチレン-アクリル酸共重合体、スチレン-メタクリル酸共重合体、スチレン-アクリル-スルホン酸共重合体、非金属カルボン酸系化合物等が挙げられる。

30

【 0 0 5 9 】

トナーを正荷電性に制御するものとしては、ニグロシン及び脂肪酸金属塩等による変性物、トリブ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などの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レーキ顔料、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、リントングステン酸、リンモリブデン酸、リントングステンモリブデン酸、タンニン酸、ラウリン酸、没食子酸、フェリシアン化物、フェロシアン化物など)、高級脂肪酸の金属塩、ジブチルスズオキシサイド、ジオクチルスズオキシサイド、ジシクロヘキシルスズオキシサイドなどのジオルガノスズオキシサイド、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などのジオルガノスズボレート類などがあり、これらを単独でまたは2種類以上を組み合わせ用いることができる。これらの中でもニグロシン系、4級アンモニウム塩の如き荷電制御剤が特に好ましく用いられる。

40

【 0 0 6 0 】

これらの荷電制御剤は重合性単量体100質量部に対して0.01～20質量部、より好ましくは0.5～10質量部使用するのがよい。

【 0 0 6 1 】

本発明に用いることができる重合開始剤としては、アゾ系重合開始剤がある。アゾ系重

50

合開始剤としては、2, 2'-アゾビス-(2, 4-ジメチルバレロニトリル)、2, 2'-アゾビスイソブチロニトリル、1, 1'-アゾビス(シクロヘキサン-1-カルボニトリル)、2, 2'-アゾビス-4-メトキシ-2, 4-ジメチルバレロニトリル、アゾビスメチルブチロニトリル等が挙げられる。

【0062】

また、有機過酸化物系開始剤を用いることもできる。有機過酸化物系開始剤としてはベンゾイルパーオキシド、ラウロイルパーオキシド、ジ- - クミルパーオキシド、2, 5-ジメチル-2, 5-ビス(ベンゾイルパーオキシ)ヘキサン、ビス(4-t-ブチルシクロヘキシル)パーオキシジカーボネート、1, 1-ビス(t-ブチルパーオキシ)シクロドデカン、t-ブチルパーオキシマレイン酸、ビス(t-ブチルパーオキシ)イソフタレート、メチルエチルケトンパーオキシド、tert-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエート、ジイソプロピルパーオキシカーボネート、クメンヒドロパーオキシド、2, 4-ジクロロベンゾイルパーオキシド等が挙げられる。

【0063】

また、酸化性物質と還元性物質を組み合わせたレドックス系開始剤を用いることもできる。酸化性物質としては過酸化水素、過硫酸塩(ナトリウム塩、カリウム塩、アンモニウム塩など)などの無機過酸化物、4価のセリウム塩などの酸化性金属塩などが挙げられる。還元性物質としては還元性金属塩(2価の鉄塩、1価の銅塩、3価のクロム塩等)、アンモニア、低級アミン(メチルアミン、エチルアミン等の炭素数1~6程度のアミン)、ヒドロキシルアミン等のアミノ化合物、チオ硫酸ナトリウム、ナトリウムヒドロサルファイト、亜硫酸水素ナトリウム、亜硫酸ナトリウム、ナトリウムホルムアルデヒドスルホキシレート等の還元性硫黄化合物、低級アルコール(炭素数1~6程度)、アスコルビン酸又はその塩、および低級アルデヒド(炭素数1~6程度)などが挙げられる。開始剤は10時間半減期温度を参考に選択され単独又は混合して利用される。該重合開始剤の添加量は目的とする重合度により変化するが、一般的には重合性単量体100質量部に対し0.5~20質量部が添加される。

【0064】

本発明には各種架橋剤を用いることもできる。架橋剤としては、例えば、ジビニルベンゼン、4, 4'-ジビニルビフェニル、エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ジエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、グリシジル(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート等の多官能性化合物を挙げることができる。

【0065】

分散媒は各種重合法に使用される公知のものを用いることができ、使用する重合性単量体や重合法などによって適宜選択され、特に限定されない。なお、懸濁重合においては水性分散媒が用いられる。

【0066】

重合性単量体組成物を水性分散媒中に良好に分散させるための分散安定剤として、例えば無機化合物であるリン酸三カルシウム、リン酸マグネシウム、リン酸アルミニウム、リン酸亜鉛、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、水酸化カルシウム、水酸化マグネシウム、水酸化アルミニウム、メタケイ酸カルシウム、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、ベントナイト、シリカ、アルミナ、チタニア等が挙げられる。有機系化合物としては、例えばポリビニルアルコール、ゼラチン、メチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、エチルセルロース、カルボキシメチルセルロースのナトリウム塩、デンプン等が挙げられる。分散安定剤は重合性単量体100質量部に対して0.2~10.0質量部を使用することが好ましい。

【0067】

これら分散安定剤は市販のものをそのまま用いても良いが、上記の無機化合物を用いる場合、細かい均一な粒度を有する分散粒子を得るために、分散媒中撹拌下にて無機化合物を生成させることもできる。例えばリン酸三カルシウムの場合、十分な撹拌下の水中にリン酸ナトリウム水溶液と塩化カルシウム水溶液を投入混合することで懸濁重合法に好適な

10

20

30

40

50

分散安定剤を得ることができる。

【0068】

懸濁重合のように水性分散媒を用いる重合法の場合には、重合性単量体組成物に極性樹脂を添加することにより離型剤の内包化の促進を図ることができる。水性分散媒に懸濁した重合性単量体組成物中に極性樹脂が存在した場合、水に対する親和性の違いから極性樹脂が水性分散媒と重合性単量体組成物の界面付近に移行しやすいため、トナー表面に極性樹脂が偏在することになる。その結果トナー粒子はコア・シェル構造を有し、多量の離型剤を含有する場合でも離型剤の内包性が良好になる。

【0069】

このような極性樹脂としては、トナー表面に偏在しシェルを形成した際に極性樹脂自身のもつ流動性が期待できることから、特に飽和または不飽和のポリエステル系樹脂が好ましい。

【0070】

ポリエステル系樹脂としては、下記に挙げる酸成分単量体とアルコール成分単量体とを縮合重合したものを用いることができる。酸成分単量体としてはテレフタル酸、イソフタル酸、フタル酸、フマル酸、マレイン酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、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、しょうのう酸、シクロヘキサンジカルボン酸、トリメリット酸等を挙げるができる。アルコール成分単量体としては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-ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、1,4-ビス(ヒドロキシメチル)シクロヘキササン等のアルキレングリコール類及びポリアルキレングリコール類、ビスフェノールA、水素添加ビスフェノール、ビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物、ビスフェノールAのプロピレンオキサイド付加物、グリセリン、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール等を挙げるができる。

【0071】

本発明の製造方法では、トナーへの各種特性付与を目的として外添剤を使用することができる。外添剤はトナーに添加した時の耐久性の点から、トナー粒子の平均粒径の1/10以下の粒径であることが好ましい。外添剤としては、たとえば酸化アルミニウム、酸化チタン、チタン酸ストロンチウム、酸化セリウム、酸化マグネシウム、酸化クロム、酸化錫、酸化亜鉛などの金属酸化物、窒化ケイ素などの窒化物、炭化物炭化ケイ素などの炭化物、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、炭酸カルシウムなどの無機金属塩、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウムなどの脂肪酸金属塩、カーボンブラック、シリカなどが用いられる。

【0072】

これら外添剤はトナー粒子100質量部に対し0.01~10質量部が用いられ、好ましくは0.05~5質量部が用いられる。外添剤は単独で用いても、また複数併用しても良いがそれぞれ疎水化処理を行ったものがより好ましい。

【0073】

さらに、本発明の製造方法は、磁性材料を含有する磁性トナーの製造方法にも適用できる。この場合、トナーに含有される磁性材料は着色剤の役割を兼ねることもできる。本発明において、磁性トナー中に含まれる磁性材料としてはマグネタイト、ヘマタイト、フェライト等の酸化鉄、鉄、コバルト、ニッケルのような金属あるいはこれらの金属とアルミニウム、コバルト、銅、鉛、マグネシウム、スズ、亜鉛、アンチモン、ベリリウム、ビスマス、カドミウム、カルシウム、マンガン、セレン、チタン、タンゲステン、バナジウムのような金属の合金およびその混合物等が挙げられる。

【0074】

これらの磁性体は平均粒径が2μm以下、好ましくは0.1~0.5μm程度のものがよい。上記磁性体のトナー中への含有量は、重合性単量体100質量部に対して約20~200質量部、特に好ましくは重合性単量体100質量部に対して40~150質量部が

10

20

30

40

50

よい。

【0075】

また、上記磁性体の800 kA/m印加時の磁気特性が、保磁力(H_c)1.6~2.4 kA/m、飽和磁化(s)50~200 Am²/kg、残留磁化(r)2~20 Am²/kgのものが好ましい。

【0076】

また、これらの磁性体のトナー粒子中での分散性を向上させるために、磁性体の表面を疎水化処理することも好ましい。疎水化処理にはシランカップリング剤やチタンカップリング剤などのカップリング剤類が用いられるが、中でもシランカップリング剤が好ましく用いられる。シランカップリング剤としてはビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、 γ -メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、ビニルトリアセトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、イソブチルトリメトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、トリメチルメトキシシラン、ヒドロキシプロピルトリメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、 n -ヘキサデシルトリメトキシシラン、 n -オクタデシルトリメトキシシラン等を挙げることができる。

【0077】

本発明により製造されるトナーは、前述したように、一成分及び二成分系現像剤のいずれにも使用できる。例えば一成分系現像剤として磁性体をトナー中に含有させた磁性トナーの場合には、現像スリーブ中に内蔵されたマグネットを利用して磁性トナーを搬送したり帯電する方法が用いられる。また、磁性体を含有しない非磁性トナーを用いる場合には、ブレード及びファークラシを用い現像スリーブにて強制的に摩擦帯電しスリーブ上にトナーを付着させることで搬送させる方法がある。

【0078】

一方、本発明の製造方法により得られるトナーを、一般的に利用されている二成分系現像剤として用いる場合には、トナーと共にキャリアを用い現像剤として使用する。本発明に使用されるキャリアとしては特に限定されるものではないが、主として鉄、銅、亜鉛、ニッケル、コバルト、マンガンおよびクロム元素からなる単独または複合フェライト状態で構成される。飽和磁化、電気抵抗を広範囲にコントロールできる点からキャリア形状も重要であり、たとえば球状、扁平、不定形などを選択し、更にキャリア表面状態の微細構造たとえば表面凹凸性をもコントロールすることが好ましい。一般的には上記金属の化合物を焼成、造粒することにより、あらかじめキャリアコア粒子を生成した後、樹脂をコーティングする方法が用いられているが、キャリアのトナーへの負荷を軽減する意味合いから、金属化合物と樹脂を混練後、粉碎、分級して低密度分散キャリアを得る方法や、さらには直接金属化合物とモノマーとの混練物を水性媒体中にて懸濁重合させて真球状に分散した重合キャリアを得る方法なども利用することが可能である。

【0079】

これらキャリアの平均粒径は10~100 μ m、より好ましくは20~50 μ mであることが望ましい。

【0080】

二成分現像剤を調製する場合のキャリアと本発明におけるトナーとの混合比率は現像剤中のトナー濃度として2質量%~15質量%、好ましくは4質量%~13質量%にすると通常良好な結果が得られる。トナー濃度が2質量%未満では画像濃度が低く実用不可となり、15質量%を超えるとカブリや機内飛散が増加し、画像の劣化および現像剤の消費量増加が起こる。

【実施例】

【0081】

以下、本発明を実施例および比較例を挙げてより具体的に説明するが、本発明はこれらによってなんら限定されるものではない。

【0082】

実施例中においては以下の各測定方法を用いた。

(1) ワックス分散液中のワックスの体積基準のメジアン径の測定

ワックス分散液中のワックス分散粒径はレーザー回折/散乱式粒度分布測定装置 LA-920 (堀場製作所社製) を用いて測定した。

(2) トナーの体積平均粒径の測定

1 質量% 塩化ナトリウム水溶液 100 ~ 150 ml 中に界面活性剤としてアルキルベンゼンスルホン酸塩を 0.1 ~ 5 ml 加え、さらに測定試料を 0.5 ~ 50 mg 加えた。この溶液を、超音波分散機で約 1 ~ 3 分間分散処理を行ったのち、100 μm アパチャーを用いたコールターマルチサイザー (コールター社製) により、粒子の粒度分布を測定しこれより体積平均粒径を得た。

10

(3) 画質評価

得られたトナー粒子 100 質量部に対して、BET 法で測定した比表面積が 300 m²/g である疎水性シリカ微粉体を 1.5 質量部となるよう外添し一成分系現像剤を得た。この現像剤を変動のない環境下において、キヤノン製レーザープリンター LBP-2160 を用いて連続通紙による画出し耐久試験を行い、目視にて画像濃度の変動やムラ等を評価した。

(4) 定着性評価

画質評価の場合と同様にして一成分系現像剤を調製し、キヤノン製レーザープリンター LBP-2160 を用いて紙上トナー載り量 0.6 mg/cm² の未定着画像を出力し、熱ローラー定着装置にて紙送り速度 70 mm/s、ローラー荷重 490 N の条件で、ローラー温度を 140 から 220 まで変化させたときのオフセットの様子を目視評価した。評価には 64 g/m² の普通紙を用いた。

20

【0083】

< 実施例 1 >

以下の手順により重合体微粒子からなる重合トナーを製造した。

【0084】

(ワックス粗分散液の調製)

スチレン単量体 33.0 質量部

フィッシュアートロブシュワックス 3.5 質量部

(融点: 105、針入度(25): 1 以下)

30

上記の成分を温度調節可能な容器に仕込み、ウルトラタラックス T-50 (IKA 社製) を用いて 10000 rpm で液温を常に 40 以下とし、40 分間攪拌を行ってワックス粗分散液を得た。このとき、分散されたワックスの体積平均のメジアン径は 82.5 μm であった。

【0085】

(ワックス微分散液の調製)

ワックス粗分散液を温度調節可能な攪拌タンクに投入し、T.K. フィルミックス (特殊機化工業社製) を途中に組み込んだ循環ラインにポンプで移送し、2 時間循環させることによってワックス微分散液を得た。T.K. フィルミックスの攪拌部材には図 2 に示す形状のものをを用い、周速を 52.0 m/s とした。液の循環流量を 4.5 kg/min とし、工程の間中液温が 60 以下となるよう温度調節した。このとき、分散されたワックスの体積基準のメジアン径は 0.51 μm であり、粒径が 2 μm 以下であるものの割合が体積基準で 100% であった。

40

【0086】

(着色剤分散液の調製)

スチレン単量体 50.0 質量部

サリチル酸系化合物アルミニウム錯体

E-88 (オリエント化学工業社製) 0.95 質量部

カーボンブラック 10 質量部

上記の成分を温度調節可能な攪拌槽に仕込み、攪拌を行って十分均一になじませた後に

50

、ＳＣミル（三井鉱山社製）を途中に組み込んだ循環ラインにポンプで移送し、９０分間循環させることによって着色剤分散液を調製した。ＳＣミルには直径０．５ｍｍのジルコニアビーズを用い、ローター周速を１０．０ｍ／ｓとして行った。

【００８７】

（重合性単量体組成物の調製）

ワックス分散液	３６．５質量部	
着色剤分散液	６０．９５質量部	
n - ブチルアクリレート単量体	１７．０質量部	
ポリエステル樹脂	５．０質量部	
エステルワックス（融点：７３℃）	１０．２５質量部	10

上記の成分のうちエステルワックス以外を温度調節が可能な攪拌槽に投入し、常温下で攪拌混合した後、これを６０℃まで昇温してからエステルワックスを投入し、さらに攪拌を継続して重合性単量体組成物とした。

【００８８】

（水性分散媒の調製）

水	９７．８質量部	
リン酸三ナトリウム	１．４質量部	

上記の成分を温度調節可能でクレアミックス（エム・テクニク社製）を備えた攪拌槽に投入し、６０℃まで昇温した後、低速でリン酸三ナトリウムが完全に溶解するまで攪拌した。

【００８９】

次に塩化カルシウム ０．８質量部を添加して、回転数１５０００回転／分で３０分間攪拌を行いハイドロキシアパタイトの微粒子の水懸濁液である水性分散媒を得た。

【００９０】

（重合開始剤溶液の調製）

重合性単量体組成物１００質量部に対してそれぞれ２．３質量部の２，２'-アゾビス-（２，４-ジメチルバレロニトリル）と９．２質量部のスチレン単量体を攪拌混合し、重合開始剤溶液を調製した。

【００９１】

（重合性単量体組成物分散液の調製）

クレアミックスを備えた攪拌槽中に重合性単量体組成物と水性分散媒を質量比で１：２となるように投入し、１５０００回転／分の回転数で攪拌を行い、攪拌開始１分後に重合開始剤懸濁液を重合性単量体組成物に対して質量比で０．１１５となるように投入し、さらに９分間攪拌を継続することにより重合性単量体組成物分散液を得た。

【００９２】

（重合工程）

上述の工程により得られた重合性単量体組成物分散液を攪拌槽に導入し、液温を６０℃に保って攪拌しながら５時間重合を行った後、液温を８０℃に昇温し、さらに４時間重合工程を継続して重合体微粒子分散液を得た。

【００９３】

（洗浄／ろ過／乾燥工程）

得られた重合体微粒子分散液に塩酸を添加して攪拌し、重合体微粒子を覆った分散安定剤を溶解した後に、フィルタプレスやベルトフィルターなどの公知のろ過器で脱水し、重合体微粒子を得た。これを水中に投入攪拌し、再び分散液とした後に前述のろ過器で脱水した。重合体微粒子の水への再分散とろ過を分散剤が完全に洗浄されるまで繰り返し行った後に、脱水された重合体微粒子を流動層乾燥機や気流式乾燥機などの公知の乾燥手段によって十分に乾燥してトナー粒子を得た。得られたトナー粒子の粒度分布を測定したところ、体積平均粒径は６．９μmであり粒度分布も極めてシャープであった。

【００９４】

（トナーの画質評価）

得られたトナー粒子に疎水性シリカを外添し、一成分系現像剤として連続20000枚の画出しを行って画質評価を行ったところ、終始画像濃度に変動もムラもなく、鮮明な画像が安定して得られた。

【0095】

(トナーの定着性評価)

前述の一成分現像剤を用いて定着性の評価を行ったところ、定着温度140 から220 の範囲でオフセットの発生しない良好な定着性を示した。

【0096】

<比較例1>

フィッシャートロプシュワックスのかわりに融点110、25 の針入度13のポリエチレンワックスを用いた以外は、実施例1と同様の方法によりトナー粒子の製造を行った。得られたトナー粒子の体積平均粒径は7.8 μmで、若干ブロードな粒度分布であった。また、トナー粒子を顕微鏡で観察したところ、異形粒子、粗大粒子あるいはワックスの凝集塊などが観察された。

10

【0097】

このトナー粒子を用いて実施例1と同様に画質評価を行ったところ、比較的早い時期から白い筋や濃度ムラの発生が見られた。また、実施例1と同様に定着性評価を行ったところ、オフセットの起こらない定着温度は140 から180 の範囲で、実施例1と比較して高温側での耐オフセット性が悪化した。

【0098】

<比較例2>

ワックス微分散液を調製する際にT.K.フィルミックスのかわりにキャビトロン(ユーロテック社製)を用いた以外は、実施例1と同様の方法によりトナー粒子の製造を行った。得られたトナー粒子の体積平均粒径は8.1 μmで、比較的ブロードな粒度分布であった。また、トナー粒子を顕微鏡で観察したところ、異形粒子、粗大粒子あるいはワックスの凝集塊などが多く観察された。

20

【0099】

このトナー粒子を用いて実施例1と同様に画質評価を行ったところ、比較的早い時期から白い筋や濃度ムラの発生が見られ、画出し枚数が増えるにつれて画像濃度が低下した。また、実施例1と同様に定着性評価を行ったところ、オフセットの起こらない定着温度は150 から180 の範囲であった。

30

【0100】

<参考例2>

ワックス微分散液を調製する際にT.K.フィルミックスの攪拌部材の周速を8m/秒とした以外は、実施例1と同様の方法によりトナー粒子の製造を行った。得られたトナー粒子の体積平均粒径は7.3 μmで、比較的シャープな粒度分布であった。また、トナー粒子を顕微鏡で観察したところ、異形粒子等はほとんど観察されなかった。

【0101】

このトナー粒子を用いて実施例1と同様に画質評価を行ったところ、終始画像濃度に変動もムラもなく、鮮明な画像が安定して得られた。また、実施例1と同様に定着性評価を行ったところ、オフセットの起こらない定着温度は140 から200 の範囲であった。

40

【0102】

<参考例3>

ワックス微分散液を調製する際にT.K.フィルミックスの攪拌部材の周速を62m/秒とした以外は、実施例1と同様の方法によりトナー粒子の製造を行った。得られたトナー粒子の体積平均粒径は7.2 μmで、わずかにブロードな粒度分布であった。また、トナー粒子を顕微鏡で観察したところ、異形粒子等はほとんど観察されなかった。

【0103】

このトナー粒子を用いて実施例1と同様に画質評価を行ったところ、終始画像濃度に変

50

動もムラもなく、鮮明な画像が安定して得られた。また、実施例 1 と同様に定着性評価を行ったところ、オフセットの起こらない定着温度は 1 4 0 から 2 0 0 の範囲であった。

【 0 1 0 4 】

< 参考例 4 >

ワックス微分散液を調製する際に液温を 6 5 に保った以外は、実施例 1 と同様の方法によりトナー粒子の製造を行った。得られたトナー粒子の体積平均粒径は 7 . 4 μ m で、ブロードな粒度分布であった。また、トナー粒子を顕微鏡で観察したところ、異形粒子等がわずかに観察された。

【 0 1 0 5 】

このトナー粒子を用いて実施例 1 と同様に画質評価を行ったところ、耐久試験終盤まで画像濃度に変動もムラもなく、鮮明な画像が得られた。また、実施例 1 と同様に定着性評価を行ったところ、オフセットの起こらない定着温度は 1 5 0 から 1 9 0 の範囲であった。

【 0 1 0 6 】

< 実施例 5 >

ワックス粗分散液を調製する際にウルトララックス T - 5 0 での攪拌時間を 2 0 分とすることにより、分散されたワックスの体積平均のメジアン径を 2 8 0 μ m とした以外は、実施例 1 と同様の方法によりトナー粒子の製造を行った。得られたトナー粒子の体積平均粒径は 7 . 2 μ m で、粒度分布はシャープであった。また、トナー粒子を顕微鏡で観察したところ、異形粒子などはほとんど観察されなかった。

【 0 1 0 7 】

このトナー粒子を用いて実施例 1 と同様に画質評価を行ったところ、画像濃度に変動やムラはなかった。また、実施例 1 と同様に定着性評価を行ったところ、オフセットの起こらない定着温度は 1 4 0 から 2 1 0 の範囲であった。

【 0 1 0 8 】

< 実施例 6 >

ワックス微分散液を調製する際に T . K . フィルミックスで循環処理する時間を 1 時間とすることにより、分散されたワックスの体積平均のメジアン径を 8 . 2 μ m とした以外は、実施例 1 と同様の方法によりトナー粒子の製造を行った。得られたトナー粒子の体積平均粒径は 7 . 4 μ m で、粒度分布は若干ブロードであった。また、トナー粒子を顕微鏡で観察したところ、わずかに異形粒子が観察された。

【 0 1 0 9 】

このトナー粒子を用いて実施例 1 と同様に画質評価を行ったところ、耐久試験終盤まで画像濃度に変動やムラはなかった。また、実施例 1 と同様に定着性評価を行ったところ、オフセットの起こらない定着温度は 1 4 0 から 2 0 0 の範囲であった。

【 0 1 1 0 】

< 実施例 7 >

ワックス微分散液を調製する際に T . K . フィルミックスで循環処理する時間を 1 . 5 時間とすることにより、分散されたワックスのうち粒径が 2 μ m 以下のものの割合が体積基準で 9 0 % であるようにした以外は、実施例 1 と同様の方法によりトナー粒子の製造を行った。得られたトナー粒子の体積平均粒径は 7 . 0 μ m で、粒度分布はシャープであった。また、トナー粒子を顕微鏡で観察したところ、異形粒子などは観察されなかった。

【 0 1 1 1 】

このトナー粒子を用いて実施例 1 と同様に画質評価を行ったところ、画像濃度に変動やムラはなかった。また、実施例 1 と同様に定着性評価を行ったところ、オフセットの起こらない定着温度は 1 4 0 から 2 1 0 の範囲であった。

【 0 1 1 2 】

< 実施例 8 >

フィッシャートロプシュワックスを融点 7 2 、 2 5 の針入度 9 のものに変えた以外

10

20

30

40

50

は、実施例 1 と同様の方法によりトナー粒子の製造を行った。得られたトナー粒子の体積平均粒径は $7.0 \mu\text{m}$ で、粒度分布はシャープであった。また、トナー粒子を顕微鏡で観察したところ、異形粒子などは観察されなかった。

【0113】

このトナー粒子を用いて実施例 1 と同様に画質評価を行ったところ、画像濃度に変動やムラはなかった。また、実施例 1 と同様に定着性評価を行ったところ、オフセットの起こらない定着温度は 140 から 190 の範囲であった。

【0114】

< 実施例 9 >

重合性単量体組成物の調製において、ポリエステルワックスを投入しない以外は、実施例 1 と同様の方法によりトナー粒子の製造を行った。得られたトナー粒子の体積平均粒径は $6.8 \mu\text{m}$ で、粒度分布はシャープであった。また、トナー粒子を顕微鏡で観察したところ、異形粒子などは観察されなかった。

【0115】

このトナー粒子を用いて実施例 1 と同様に画質評価を行ったところ、画像濃度に変動やムラはなかった。また、実施例 1 と同様に定着性評価を行ったところ、オフセットの起こらない定着温度は 160 から 220 の範囲であった。

【0116】

< 実施例 10 >

T・K・フィルミックスに用いる攪拌部材を図 3 に示すようなディスパタイプとした以外は、実施例 1 と同様の方法によりトナー粒子の製造を行った。得られたトナー粒子の体積平均粒径は $7.1 \mu\text{m}$ で、粒度分布はシャープであった。また、トナー粒子を顕微鏡で観察したところ、異形粒子などはほとんど観察されなかった。

【0117】

このトナー粒子を用いて実施例 1 と同様に画質評価を行ったところ、画像濃度に変動やムラはなかった。また、実施例 1 と同様に定着性評価を行ったところ、オフセットの起こらない定着温度は 140 から 210 の範囲であった。

【図面の簡単な説明】

【0118】

【図 1】本発明のトナー粒子の製造方法に係る離型剤の微分散工程に用いる装置の一例を示す概略図である。

【図 2】離型剤の微分散工程に用いる装置で使用する攪拌部材の一例を示す概略図である。

【図 3】離型剤の微分散工程に用いる装置で使用する攪拌部材の他の一例を示す概略図である。

【符号の説明】

【0119】

- 1 処理容器
- 2 攪拌部材
- 3 堰板
- 4 モーター
- 5 液入口
- 6 液出口
- 7 薄膜状に押しつけられた処理液

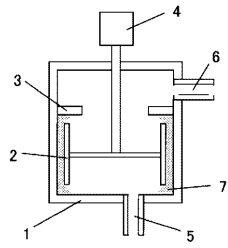
10

20

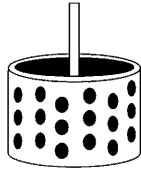
30

40

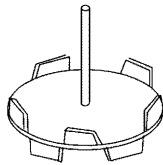
【図 1】



【図 2】



【図 3】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開2004-326030(JP,A)
特開2003-287921(JP,A)
特開2004-333826(JP,A)
特開平11-167222(JP,A)
特開2000-187353(JP,A)
特開2000-214632(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
G03G 9/08