

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-227306

(P2005-227306A)

(43) 公開日 平成17年8月25日(2005.8.25)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
G03G 9/08	G03G 9/08 365	2H005
G03G 9/087	G03G 9/08 368	
G03G 9/10	G03G 9/10	
	G03G 9/08 381	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 31 頁)

(21) 出願番号	特願2004-32904 (P2004-32904)	(71) 出願人	000005496 富士ゼロックス株式会社 東京都港区赤坂二丁目17番22号
(22) 出願日	平成16年2月10日 (2004.2.10)	(74) 代理人	100101719 弁理士 野口 恭弘
		(72) 発明者	富田 和史 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士 ゼロックス株式会社内
		(72) 発明者	鶴見 洋介 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士 ゼロックス株式会社内
		(72) 発明者	佐藤 修二 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士 ゼロックス株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 静電荷像現像用トナーおよびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 広範囲の温度で定着特性が良好な、結着樹脂及び着色剤を含有する静電荷像現像用トナーを提供すること。

【解決手段】 少なくとも結着樹脂、着色剤、及び離型剤を含有する静電荷像現像用トナーであって、離型剤の示差走査熱量計による吸熱ピーク温度が60～100にあり、かつ示差走査熱量計による該結着樹脂のガラス転移オンセット温度以下の離型剤の単位重量あたりの吸熱量をa、離型剤の単位重量あたりの全吸熱量をb、トナーの平均粒径をc(μm)としたとき、 $0.05 \leq a / (b \times c) \leq 0.6$ の範囲にあることを特徴とする静電荷像現像用トナー。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも結着樹脂、着色剤、及び離型剤を含有する静電荷像現像用トナーであって、
 離型剤の示差走査熱量計による吸熱ピーク温度が 60 ~ 100 にあり、
 かつ示差走査熱量計による該結着樹脂のガラス転移オンセット温度以下の離型剤の単位
 重量あたりの吸熱量を a、離型剤の単位重量あたりの全吸熱量を b、トナーの平均粒径を
 c (μm) としたとき、
 $0.05 \leq a / (b \times c) \leq 0.6$
 の範囲にあることを特徴とする
 静電荷像現像用トナー。

10

【請求項 2】

1 μm 以下の樹脂微粒子を分散した樹脂微粒子分散液、着色剤粒子分散液、及び離型剤
 粒子分散液を調製する工程、
 これらの分散液を混合する工程、
 樹脂微粒子、着色剤粒子及び離型剤粒子の凝集粒子分散液を調製する工程、及び、
 前記樹脂微粒子のガラス転移温度以上の温度に加熱して前記凝集粒子を融合・合一する
 工程とを有する静電荷像現像用トナーの製造方法であって、
 離型剤の示差走査熱量計による吸熱ピーク温度が 60 ~ 100 にあり、
 かつ示差走査熱量計による該結着樹脂のガラス転移オンセット温度以下の離型剤の単位
 重量あたりの吸熱量を a、離型剤の単位重量あたりの全吸熱量を b、トナーの平均粒径を
 c (μm) としたとき、
 $0.05 \leq a / (b \times c) \leq 0.6$
 の範囲にあることを特徴とする
 静電荷像現像用トナーの製造方法。

20

【請求項 3】

少なくとも架橋剤を有する結着樹脂、着色剤、離型剤及び 2 価以上の電荷を有する無機
 金属塩を含有し、トナーの体積平均粒径が 3 μm ~ 9 μm であり、かつ下記式 (1) で示
 される X が 97 ~ 250 の範囲にあることを特徴とする静電荷像現像用トナー。
 $X = 874.8 \times \text{無機金属塩価数} / 4 \times \text{無機金属塩添加量} + 23.1 \times \text{架橋剤濃度} - 58.2 \quad (1)$

【請求項 4】

樹脂微粒子分散液、着色剤粒子分散液、離型剤粒子分散液を調製する工程、これらの分
 散液を混合する工程、樹脂微粒子、着色剤粒子及び離型剤粒子の凝集粒子分散液を調製す
 る工程、及び、前記樹脂微粒子のガラス転移温度以上の温度に加熱して前記凝集粒子を融
 合・合一する工程とを有する方法にて作製されることを特徴とする請求項 3 記載の静電荷
 像現像用トナーの製造方法。

30

【請求項 5】

請求項 1 又は 3 に記載の静電荷像現像用トナーとキャリアとを含むことを特徴とする静
 電荷像現像剤。

【請求項 6】

静電荷像担持体上に静電潜像を形成する工程と、
 トナーを含む静電荷像現像剤により静電荷像担持体上の前記静電潜像を現像してトナー
 画像を形成する工程と、
 前記トナー画像を転写体上に転写する工程と、
 前記トナー画像を定着する工程とを有する画像形成方法であって、
 前記トナーとして請求項 1 又は 3 に記載のトナー、若しくは、請求項 5 記載の現像剤を
 用いることを特徴とする画像形成方法。

40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、電子写真法で用いられる静電荷像現像用のトナーおよびその製造方法および

50

画像形成方法に関する。

【背景技術】

【0002】

電子写真法としては米国特許第2,297,691号明細書、特公昭42-23910号公報(米国特許第3,666,363号明細書)等に記載されているように、多数の方法が知られている。一般には光導電性物質を利用した感光体層に種々の手段を用い静電潜像を形成する露光工程、トナーを含む現像剤で静電潜像を現像する工程、トナーを紙等の記録材に転写する工程、該トナー画像を熱、圧力などにより記録材に定着する工程、感光体層に残存したトナーを除去する工程といった基本工程から成り立っている。

ここで用いられる現像剤には、トナーとキャリアからなる2成分現像剤と、磁性トナー又は非磁性トナーを単独で用いる1成分現像剤とが知られている。トナーの製造には、通常、熱可塑性樹脂を着色剤、帯電制御剤、ワックスなどの離型剤とともに熔融混練し冷却した後、微粉碎・分級する混練粉碎法が一般的に採用されている。これらトナーは、必要に応じて流動性やクリーニング性を改善するために無機や有機の微粒子をトナー粒子表面に添加することもある。これらの微粒子の添加により、優れたトナーを製造できるが、次のようないくつかの問題点がある。

10

【0003】

通常混練粉碎法では、トナーの形状及び表面構造は不定形であり、使用材料の粉碎性や粉碎工程の条件により、それらは微妙に変化するため、トナーの形状及び表面構造を制御することは困難であった。また、混練粉碎法では材料選択の範囲に制約がある。具体的には、粉碎前の熔融混練物が十分に脆く、経済的に可能な製造装置で容易に微粉碎される物でなければならない。ところが、その要求を満たすために前記熔融混練物を脆くすると、現像機中でトナーに加わる機械的せん断力などにより、トナーはさらに微粉を発生したり、トナー形状に変化をきたすことがある。これらの影響は、2成分現像剤では前記微粉がキャリア表面に固着し、現像剤の帯電劣化を加速したり、1成分現像剤では粒度分布が拡大してトナー飛散を生じたり、トナー形状の変化により現像性を低下させ、画質の劣化を生ずるといった問題があった。

20

【0004】

また、これら粉碎法によるトナーにワックスなどの離型剤を多量に内添しても、熱可塑性樹脂との組み合わせによっては、トナー表面への離型剤の露出が抑制されてしまうことが多い。特に、トナーに配合される高分子量成分によりトナーの弾性が増し、やや粉碎され難くなった樹脂と、ポリエチレンのような脆いワックスとの組み合わせでは、トナー表面にポリエチレンの露出が多く見られる。これは定着時の離型性や感光体上からの未転写トナーのクリーニングには有利であるが、トナー表面層のポリエチレンが機械力で現像ロール、感光体、キャリアなどの表面に容易に移行して、それらを汚染し、信頼性を低下させることになる。

30

【0005】

さらに、トナー形状が不定形であることにより流動性助剤を添加しても十分な流動性を確保できないことがあり、機内の機械的せん断力によりトナー表面の微粒子がトナー凹部分に移動して経時的にトナーの流動性を低下させたり、流動性助剤がトナー内部に埋没して現像性、転写性、クリーニング性が悪化する。また、クリーニング工程で回収されたトナーを再び現像機に戻して使用すると、さらに画質が低下する。これらを防ぐために、さらに流動性助剤を増加すると感光体上に黒点が発生したり、流動性助剤粒子が飛散するという問題が生ずる。

40

【0006】

このために、混練粉碎法とは異なる種々の重合法を用いたトナーの製造方法が検討されている。例えば、懸濁重合法によるトナーの調製法は、特開昭62-73276号公報、特開平5-027476号公報などに記載されている。しかし、これらの方法を用いてトナーを調製すると、トナーの粒度分布を制御しようとしても混練粉碎法の域を出ることはできず、多くの場合はさらなる分級操作を必要とする。また、これらの方法で得たトナー

50

は、その形状がほぼ真球状であるため、感光体等に残留するトナーのクリーニング性が極めて悪く、画質信頼性を損ねるといった問題がある。

【0007】

近年、トナー形状及び表面構造を積極的に制御する方法として、特開昭63-282752号公報及び特開平6-250439号公報では乳化重合凝集法によるトナーの製造方法が提案されている。これらは、乳化重合法により樹脂分散液を作成し、他方溶媒に着色剤を分散した着色剤分散液を作成し、これらを混合してトナー粒径に相当する凝集体を形成し、加熱することによって融合・合一させるトナーの製造方法である。この方法で、形状をある程度制御でき、帯電性、耐久性の改善を図ることができる。

【0008】

一方、電子写真プロセスにおいて、長寿命、小型化、高速化、カラー化などでトナーに要求される特性は、ますます大きくなっている。特に定着装置の高速化、小型化に対しては、高温で、短時間に、溶融し、画像を汚すオフセットが発生しない上、定着機の位置や経時による温度のばらつきに対しても安定な定着性が要求されている。特に乳化重合凝集法において、これらの要求に対し、更なる組成の最適化を行った。凝集剤量を増量させることで、結着樹脂の凝集度を増し、オフセットしないようすることは可能である。しかし、凝集が促進されることで、トナー中に含まれる粗大粉の量が増え、画像均一性が劣ったり、トナー収量の極端な低下が発生するという問題が発生する。また、凝集剤の量は変えずに離型剤を増やしてトナーのオフセットを抑制することもできるが、トナー中のワックス量が増え、特に黒色トナーの場合、カーボンブラックの分散性が低下し、帯電性が低下、誘電損率が大きくなり、現像性、転写性が劣るといった結果となり、十分な性能を得ることができない。またカラーの場合、着色剤の凝集により十分な発色性が得られなくなる。また、造粒工程でのトナーの粒径成長が遅くなる結果となり、処理温度を上げた結果、トナーの粗大粉量が増加し、画像均一性が劣る。さらに、定着後の画像強度（クリーズ）が悪化するなどの不都合が生じた。

【0009】

高温オフセットを防止することを目的として、トナーの融解熱ピーク点、ガラス転移オンセット点の温度、及び融解熱量が特定の関係式を満たすような静電荷像現像用トナーが提案されている（特許文献1参照）。

【0010】

【特許文献1】特開2001-117273

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

本発明の目的は、広範囲の温度で定着特性が良好な、結着樹脂及び着色剤を含有する静電荷像現像用トナーを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0012】

本発明者等は鋭意検討した結果、下記の構成を採用することにより、上記の課題を解決することのできる静電荷像現像用トナーおよび製造方法を可能にした。

すなわち、

(1) 少なくとも結着樹脂、着色剤、及び離型剤を含有する静電荷像現像用トナーであって、離型剤の示差走査熱量計による吸熱ピーク温度が60～100にあり、かつ示差走査熱量計による該結着樹脂のガラス転移オンセット温度以下の離型剤の単位重量あたりの吸熱量をa、離型剤の単位重量あたりの全吸熱量をb、トナーの平均粒径をc(μm)としたとき、 $0.05 \leq a / (b \times c) \leq 0.6$ の範囲にあることを特徴とする静電荷像現像用トナー、

(2) 1μm以下の樹脂微粒子を分散した樹脂微粒子分散液、着色剤粒子分散液、及び離型剤粒子分散液を調製する工程、これらの分散液を混合する工程、樹脂微粒子、着色剤粒子及び離型剤粒子の凝集粒子分散液を調製する工程、及び、前記樹脂微粒子のガラス転

10

20

30

40

50

移温度以上の温度に加熱して前記凝集粒子を融合・合一する工程とを有する静電荷像現像用トナーの製造方法であって、離型剤の示差走査熱量計による吸熱ピーク温度が60～100にあり、かつ示差走査熱量計による該結着樹脂のガラス転移オンセット温度以下の離型剤の単位重量あたりの吸熱量をa、離型剤の単位重量あたりの全吸熱量をb、トナーの平均粒径をc(μm)としたとき、 $0.05 \leq a / (b \times c) \leq 0.6$ の範囲にあることを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法、

(3) 少なくとも架橋剤を有する結着樹脂、着色剤、離型剤及び2価以上の電荷を有する無機金属塩を含有し、トナーの体積平均粒径が3μm～9μmであり、かつ下記式(1)で示されるXが97～250の範囲にあることを特徴とする静電荷像現像用トナー、

$$X = 874.8 \times \text{無機金属塩価数} / 4 \times \text{無機金属塩添加量} + 23.1 \times \text{架橋剤濃度} - 58.2 \quad (1)$$

10

(4) 樹脂微粒子分散液、着色剤粒子分散液、離型剤粒子分散液を調製する工程、これらの分散液を混合する工程、樹脂微粒子、着色剤粒子及び離型剤粒子の凝集粒子分散液を調製する工程、及び、前記樹脂微粒子のガラス転移温度以上の温度に加熱して前記凝集粒子を融合・合一する工程とを有する方法にて作製されることを特徴とする(3)記載の静電荷像現像用トナーの製造方法、

(5) (1)又は(3)に記載の静電荷像現像用トナーとキャリアとを含むことを特徴とする静電荷像現像剤、

(6) 静電荷像担持体上に静電潜像を形成する工程と、トナーを含む静電荷像現像剤により静電荷像担持体上の前記静電潜像を現像してトナー画像を形成する工程と、前記トナー画像を転写体上に転写する工程と、前記トナー画像を定着する工程とを有する画像形成方法であって、前記トナーとして(1)又は(3)記載のトナー、若しくは、(5)記載の現像剤を用いることを特徴とする画像形成方法。

20

【発明の効果】

【0013】

上記(1)の構成を採用することにより、トナーの粗大粉量を増やすことなしに、高速、高温域での定着性、温度変化に対する定着安定性に優れ、かつ誘電特性、画質に優れるトナーの提供が可能になった。

また、上記(3)の構成を採用することにより、広範囲の温度で定着特性が良好なトナーの提供が可能となった。

さらに、上記(5)及び(6)の構成を採用することにより、長期にわたり十分な濃度で良好な画質の現像剤及び画像形成方法の提供が可能となった。

30

【発明を実施するための最良の形態】

【0014】

以下詳細に説明する。

まず、離型剤の示差走査熱量計による吸熱ピーク温度が60～100にあり、かつ示差走査熱量計による該結着樹脂のガラス転移オンセット温度以下の離型剤の単位重量あたりの吸熱量をa、離型剤の単位重量あたりの全吸熱量をb、トナーの平均粒径をc(μm)としたとき、 $0.05 \leq a / (b \times c) \leq 0.6$ の範囲にあることを特徴とする静電荷像現像用トナーについて説明する。

【0015】

40

本発明に使用できる離型剤は、示差走査熱量計による吸熱ピークが60～100の範囲、好ましくは70～98の範囲にある物質がである。吸熱ピークが60未満であるとトナーのTgを下げ、トナーの凝集体が増え画質の劣化が起こる。また、100を超えるとホットオフセット温度が低下する。

本発明において示差走査熱量計による離型剤の吸熱ピークとは、自動接線処理システムを備えた(株)島津製作所製の示差走査熱量計(DSC-50)等により、離型剤を10/分の昇温速度で室温から200まで加熱し、10分間200とした後、30/分の降温速度で200から-10まで冷却し、10分間-10とするという前処理を行った後、20/分の昇温速度で-10から200まで加熱を行い、温度()と熱量(mW)の関係から求まる最大の吸熱ピークのことである。

50

【0016】

また、本発明の静電荷像現像用トナーは、 $a / (b \times c)$ (示差走査熱量計による該結着樹脂のガラス転移オンセット温度以下の離型剤の吸熱量：a、離型剤の全吸熱量：b、トナーの平均粒径：c (μm)) は、0.05 ~ 0.6の範囲であり、好ましくは0.2 ~ 0.5の範囲である。0.05未満の場合、トナーの粒径成長が阻害され粗大粒子が増加する。また、0.6を超える場合、トナーの粒径成長が早すぎ、微粉、粗粉量が増加し、またトナーのTgが下がり、トナーの凝集体が増え、画質の劣化が起こる。

【0017】

示差走査熱量計による結着樹脂のガラス転移オンセット温度とは、自動接線処理システムを備えた(株)島津製作所製の示差走査熱量計(DSC-50)等により、樹脂を10 / 分の昇温速度で室温から200まで加熱し、10分間200とした後、30 / 分の降温速度で200から-10まで冷却し、10分間-10とするという前処理を行った後、20 / 分の昇温速度で-10から200まで加熱を行い、温度() と熱量(mW)の関係から求まる第1の変曲点である。

10

【0018】

示差走査熱量計による該結着樹脂のガラス転移オンセット温度以下の離型剤の吸熱量aとは、使用する結着樹脂のTgを前述の方法であらかじめ測定し、そのTg以下の温度領域における、ベースラインと吸熱カーブの間の面積をワックスの重量で除したものである。また、離型剤の単位重量あたりの全吸熱量bとは、前記離型剤の吸熱ピーク測定の条件で測定した温度() と熱量(mW)の関係から、ベースラインからの融解熱ピーク的面積をワックスの重量で除したものである。

20

【0019】

本発明のトナーの平均粒径cとは、コールターカウンターTA-II(日科機社製)、マルチサイザーII(日科機社製)等の測定器(アパーチャー径100 μm)を用いて測定することができ、累積体積平均粒径のことである。

【0020】

本発明のトナーの平均粒径は、4 ~ 8 μm が好ましく、また、5 ~ 7.5 μm が特に好ましい。上記範囲であると、現像性や画像の解像性が良好となる。

【0021】

トナーの体積平均粒度分布指標GSDvは、累積体積平均粒径D16、D84を用いて、 $GSDv = (D84 / D16)^{0.5}$ として求められる。GSDvは好ましくは1.25以下、より好ましくは1.24以下の範囲である。上記範囲のトナーは、良好な転写性能を有し、精細な高画質を長時間にわたって維持できる。

30

【0022】

また、本発明のトナーの形状は、形状係数 $SF1 = (ML^2 / A) \times (/ 4) \times 100$ (式中、ML：トナー粒子の絶対最大長、A：トナー粒子の投影面積)として求められる。SF1が好ましくは110 ~ 140の範囲であり、特に好ましくは110 ~ 138の範囲である。形状係数SF1は、主に顕微鏡画像や走査電子顕微鏡画像を画像解析装置(ルーゼックス)によって解析することによって数値化される。

【0023】

本発明の静電荷像現像用トナーの帯電量の絶対値は、20 ~ 80 $\mu\text{C} / \text{g}$ の範囲が適当である。帯電量が上記範囲であると背景汚れ(カブリ)が発生しにくく、画像濃度が低下しにくい。また、静電荷像現像用トナーの夏場(高温高湿)における帯電量と冬場(低温低湿)における帯電量の比は、0.5 ~ 1.5の範囲、好ましくは0.7 ~ 1.3の範囲が適当である。この範囲であると帯電性の環境依存性が弱く、帯電の安定性が十分となるので、実用上好ましい。

40

【0024】

以下に、本発明の静電荷像現像用トナーに使用する材料について説明する。

【0025】

(結着樹脂)

50

本発明の結着樹脂として使用できる重合体は多岐にわたり、特に制限はないが、ビニル系単量体を含むエチレン性不飽和単量体の単独重合体又は共重合体が好ましく使用できる。ビニル系単量体を含むエチレン性不飽和単量体の重合体は、イオン性界面活性剤などを用いて乳化重合やシード重合により樹脂粒子分散液を容易に調製できるため、有利である。これらの単独重合体又は共重合体を構成する単量体としては、例えば、スチレン、パラクロロスチレン、*p*-メチルスチレン等のスチレン類；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸 *n*-プロピル、アクリル酸 *n*-ブチル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸 2-エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸 *n*-プロピル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸 2-エチルヘキシル等の(メタ)アクリル酸エステル類；アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のエチレン性不飽和ニトリル類；アクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸等のエチレン性不飽和カルボン酸；ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類；ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロペニルケトン等のビニルケトン類；エチレン、プロピレン、ブタジエンなどのオレフィン類などが例示できる。これらの単量体からなる単独重合体、又はこれらを2種以上共重合して得られる共重合体、さらにはこれらの混合物を使用することができる。

【0026】

これらの単量体の中でも、ビニル系樹脂の形成反応の容易性の点でビニル系高分子酸がより好ましく、具体的にはアクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、ケイ皮酸、フマル酸などのカルボキシル基を解離基として有する解離性ビニル系モノマーが、重合度やガラス転移温度の制御の点で特に好ましい。

【0027】

また、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエーテル樹脂等、非ビニル縮合系樹脂、又は、これらと前記エチレン性不飽和付加重合体樹脂との混合物や、これらの共存下でエチレン性不飽和単量体を重合して得られるグラフト重合体等を挙げるることができる。

【0028】

本発明におけるトナーに用いる結着樹脂は、重合性単量体のラジカル重合により製造することができる。ここで用いるラジカル重合開始剤としては、特に制限はない。具体的には、過酸化水素、過酸化アセチル、過酸化クミル、過酸化 *tert*-ブチル、過酸化プロピオニル、過酸化ベンゾイル、過酸化クロロベンゾイル、過酸化ジクロロベンゾイル、過酸化プロモメチルベンゾイル、過酸化ラウロイル、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム、過硫酸カリウム、ペルオキシ炭酸ジイソプロピル、テトラリンヒドロペルオキシド、1-フェニル-2-メチルプロピル-1-ヒドロペルオキシド、過トリフェニル酢酸 *tert*-ブチルヒドロペルオキシド、過蟻酸 *tert*-ブチル、過酢酸 *tert*-ブチル、過安息香酸 *tert*-ブチル、過フェニル酢酸 *tert*-ブチル、過メトキシ酢酸 *tert*-ブチル、過 *N*-(3-トルイル)カルバミン酸 *tert*-ブチル等の過酸化物類；2,2'-アゾビスプロパン、2,2'-ジクロロ-2,2'-アゾビスプロパン、1,1'-アゾ(メチルエチル)ジアセテート、2,2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)塩酸塩、2,2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)硝酸塩、2,2'-アゾビスイソブタン、2,2'-アゾビスイソブチルアミド、2,2'-アゾビスイソブチロニトリル、2,2'-アゾビス-2-メチルプロピオン酸メチル、2,2'-ジクロロ-2,2'-アゾビスブタン、2,2'-アゾビス-2-メチルブチロニトリル、2,2'-アゾビスイソ酪酸ジメチル、1,1'-アゾビス(1-メチルブチロニトリル-3-スルホン酸ナトリウム)、2-(4-メチルフェニルアゾ)-2-メチルマロノジニトリル、4,4'-アゾビス-4-シアノ吉草酸、3,5-ジヒドロキシメチルフェニルアゾ-2-メチルマロノジニトリル、2-(4-プロモフェニルアゾ)-2-アリルマロノジニトリル、2,2'-アゾビス-2-メチルパレロニトリル、4,4'-アゾビス-4-シアノ吉草酸ジメチル、2,2'-アゾビス-2,4-ジメチルパレロニトリル、1,1'-アゾビスシクロヘキサニトリル、2,2'-アゾビス-2-プロピルブチロニトリル、1,1'-アゾビス-

1 - クロロフェニルエタン、1, 1' - アゾビス - 1 - シクロヘキサニルカルボニトリル、1, 1' - アゾビス - 1 - シクロヘプタンニトリル、1, 1' - アゾビス - 1 - フェニルエタン、1, 1' - アゾビスクメン、4 - ニトロフェニルアゾベンジルシアノ酢酸エチル、フェニルアゾジフェニルメタン、フェニルアゾトリフェニルメタン、4 - ニトロフェニルアゾトリフェニルメタン、1, 1' - アゾビス - 1, 2 - ジフェニルエタン、ポリ(ビスフェノール A - 4, 4' - アゾビス - 4 - シアノペンタノエート)、ポリ(テトラエチレングリコール - 2, 2' - アゾビスイソブチレート)等のアゾ化合物類；1, 4 - ビス(ペンタエチレン) - 2 - テトラゼン、1, 4 - ジメトキシカルボニル - 1, 4 - ジフェニル - 2 - テトラゼン等が挙げられる。

【0029】

10

(離型剤)

本発明のトナーには、示差走査熱量計による吸熱ピーク温度が60～100にある離型剤を使用する。

結着樹脂のTg以下の温度領域においては、トナーの粒度分布が広がることから、離型剤は吸熱ピークを有しないことが好ましい。

【0030】

本発明の離型剤として使用できる物質としては、具体的には、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン等の低分子量のポリオレフィン系ワックス、カルナウバワックス、ライスワックス、キャンドリラワックス、木ロウ、ホホバ油、ライスワックス、シュガーワックス、パーム蠟等のような植物系ワックス、ミツロウのごとき動物系ワックス、モンタ 20
ンワックス、オゾケライト、セレシン、パラフィンワックス、酸価パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス等のような鉱物、石油系ワックス、ポリオレフィンワックス、酸価ポリオレフィンワックス、フィッシュートロプシュワックス等の合成ワックス、及びそれらの変性物などを挙げることができる。これらは単独で用いても良いし、混合して使用しても良い。

【0031】

本発明に使用する離型剤は、平均粒径が150～1500nmの範囲の粒子として、静電荷現像用トナー中に分散させ、トナー100重量%に対して5～25重量%の範囲で含有させることが好ましい。上記範囲の離型剤を使用することにより、オイルレス定着方法における定着画像の剥離性を向上できる。より好ましい範囲は、平均粒径は160～14 30
00nm、含有量は7～23重量%である。

【0032】

(着色剤)

本発明に使用する着色剤は公知のものを使用できる。例えば、黒色顔料としては、ファーネスブラック、チャンネルブラック、アセチレンブラック、サーマルブラック等のカーボンブラック、酸化銅、二酸化マンガン、酸化チタン、アニリンブラック、活性炭、非磁性フェライト、マグネタイト等が挙げられる。また、黄色顔料としては、例えば、黄鉛、 40
亜鉛黄、黄色酸化鉄、カドミウムイエロー、クロムイエロー、ハンザイエロー、ハンザイエロー10G、ベンジジンイエローG、ベンジジンイエローGR、スレンイエロー、キノリンイエロー、パーマネントイエローNCG等が挙げられる。

【0033】

橙色顔料としては、赤色黄鉛、モリブデンオレンジ、パーマネントオレンジGTR、ピラゾロンオレンジ、バルカンオレンジ、ベンジジンオレンジG、インダスレンブリリアントオレンジRK、インダスレンブリリアントオレンジGK等が挙げられる。

赤色顔料としては、ベンガラ、カドミウムレッド、鉛丹、硫化水銀、ウオッチヤングレッド、パーマネントレッド4R、リソールレッド、ブリリアンカーミン3B、ブリリアンカーミン6B、デイボンオイルレッド、ピラゾロンレッド、ローダミンBレーキ、レーキレッドC、ローズベンガル、エオキシレッド、アリザリンレーキ等が挙げられる。

【0034】

青色顔料としては、紺青、コバルトブルー、アルカリブルーレーキ、ピクトリアブルー 50

レーキ、ファストスカイブルー、インダスレンブルーBC、アニリンブルー、ウルトラマリンブルー、カルコオイルブルー、メチレンブルークロライド、フタロシアニンブルー、フタロシアニングリーン、マラカイトグリーンオクサレレートなどが挙げられる。紫色顔料としては、マンガン紫、ファストバイオレットB、メチルバイオレットレーキ等が挙げられる。

【0035】

緑色顔料としては、酸化クロム、クロムグリーン、ピクメントグリーン、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等が挙げられる。

白色顔料としては、亜鉛華、酸化チタン、アンチモン白、硫化亜鉛等が挙げられる。

体質顔料としては、パライト粉、炭酸バリウム、クレー、シリカ、ホワイトカーボン、タルク、アルミナホワイト等が挙げられる。

10

【0036】

さらに、染料としては、塩基性、酸性、分散、直接染料等の各種染料、例えば、ニグロシン、メチレンブルー、ローズベンガル、キノリンイエロー、ウルトラマリンブルー等が挙げられる。

また、これらの着色剤は単独で、又は混合し、さらには固溶体の状態でも使用できる。

【0037】

これらの着色剤は、極性を有する界面活性剤を用い、ホモジナイザーによって水系に分散して使用する場合があるが、その際、酸価が10～50mg KOH/gを有する体積平均粒径100nm以下の極性樹脂微粒子を0.4～10重量%、好ましくは1.2～5.0重量%の範囲で添加して着色剤を被覆して使用することができる。

20

【0038】

前記極性樹脂微粒子は、公知の方法で被覆できる。具体的には、着色剤粒子とイオン交換水とを適宜混合し、前記の任意の分散機を用いて着色剤粒子分散液を作製した後、これに極性樹脂微粒子を添加・付着させる。また、着色剤粒子とイオン交換水とを適宜混合し、前記の任意の分散機を用いて分散させた後、前記極性樹脂微粒子を添加し、さらにホモジナイズして着色剤粒子に付着させても構わない。さらにまた、前記極性樹脂微粒子は、着色剤粒子分散液に一括して添加してもよいし、段階的に添加しても構わないが、付着性の観点から滴下しながら徐々に添加するのが好ましい。

【0039】

本発明の着色剤は、色相角、彩度、明度、耐候性、OHP透過性、トナー中での分散性の観点から選択される。着色剤の添加量は、トナーの樹脂100重量%に対して1～20重量%の範囲で添加される。黒色着色剤として磁性体を用いるときには、他の着色剤とは異なり、30～100重量%の範囲で添加される。

30

【0040】

本発明の着色剤は、平均粒径が100～330nmの範囲の粒子として、静電荷現像用トナー中に分散させ、4～15重量%の範囲で含有させることにより、発色性はもとより、OHP透過性も優れたものとなる。好ましい平均粒径は120～310nmの範囲であり、好ましい含有量は5～14重量%の範囲である。

【0041】

(磁性粉)

本発明のトナーを磁性トナーとして用いる場合は、結着樹脂中に磁性粉を含有させてもよい。このような磁性粉としては、磁場中で磁化される物質を用いる。具体的には、鉄、コバルト、ニッケル等の金属単体又はその合金の強磁性粉末、又はフェライト、マグネタイト等化合物を使用できる。特に、本発明では、水層中でトナーを得るために、磁性体の水層移行性に注意を払う必要があり、好ましくは表面改質、例えば疎水化処理等を施しておくのが好ましい。

40

【0042】

(その他の添加剤)

本発明のトナーでは、目的に応じて、前記の樹脂、着色剤や離型剤以外に、内添剤、帯

50

電制御剤、無機粒体、有機粒体、滑剤、研磨剤などのその他の成分（粒子）を添加させることが可能である。

【0043】

（帯電制御剤）

本発明では、トナーの帯電性を一層向上させ安定化させるために帯電制御剤を配合することができる。帯電制御剤としては安息香酸の金属塩、サリチル酸の金属塩、アルキルサリチル酸の金属塩、カテコールの金属塩、含金属ビスアゾ染料、テトラフェニルボレート誘導体、第四級アンモニウム塩、アルキルピリジニウム塩、ニグロシン系化合物、アルミニウム、鉄、クロムなどの錯体からなる染料や、トリフェニルメタン系顔料、極性基を含有したレジンタイプの帯電制御剤、さらにこれらの適宜組合せたものが好ましく使用できる。これらの中でも、凝集や融合・合一時の安定性に影響するイオン強度の制御、廃水の汚染低減のためには、水に溶解しにくい材料の方がよい。トナー固形分に対するこれら帯電制御剤の添加量は、一般に10重量%以下の範囲が好ましい。

10

【0044】

（微粒子）

本発明では、トナーの帯電性安定化のために、湿式で無機微粒子を添加することができる。無機微粒子の例としては、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、リン酸三カルシウムなど、通常トナー表面の外添剤として使用されるものが挙げられる。これらの無機微粒子はイオン性界面活性剤や高分子酸、高分子塩基に分散して使用することができる。

20

【0045】

また、流動性付与やクリーニング性向上の目的で、通常のトナーと同様に、微粒子を乾燥状態で剪断力をかけてトナー表面に添加することができる。微粒子の具体例としては、炭酸カルシウムなどの金属塩、シリカ、アルミナ、チタニア、チタン酸バリウム、チタン酸ストロンチウム、チタン酸カルシウム、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化マグネシウム、などの金属酸化物化合物、セラミック、カーボンブラック等、などの無機微粒子や、ビニル系樹脂、ポリエステル、シリコーンなどの樹脂微粒子が例示できる。

【0046】

これらの無機微粒子は導電性、帯電性等を制御するためにカップリング剤等で表面処理することが好ましく、カップリング剤としては具体的にはメチルトリクロロシラン、メチルジクロロシラン、ジメチルジクロロシラン、トリメチルクロロシラン、フェニルトリクロロシラン、ジフェニルジクロロシラン、テトラメトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、ジフェニルジメトキシシラン、テトラエトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、ジフェニルジエトキシシラン、イソブチルトリメトキシシラン、デシルトリメトキシシラン、ヘキサメチルシラザン、N,N-(ビストリメチルシリル)アセトアミド、N,N-ビス(トリメチルシリル)ウレア、tert-ブチルジメチルクロロシラン、ビニルトリクロロシラン、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、-(3,4エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、-グリシドキシプリピルトリメトキシシラン、-グリシドキシプリピルメチルジエトキシシラン、-メルカプトプロピルトリメトキシシラン、-クロロプロピルトリメトキシシラン、等のシランカップリング剤やチタンカップリング剤等をあげることができる。

30

40

【0047】

次に、本発明の離型剤の示差走査熱量計による吸熱ピーク温度が60~100にあり、かつ示差走査熱量計による該結着樹脂のガラス転移オンセット温度以下の離型剤の単位重量あたりの吸熱量をa、離型剤の単位重量あたりの全吸熱量をb、トナーの平均粒径をc(μm)としたとき、 $0.05 \leq a / (b \times c) \leq 0.6$ の範囲にある静電荷現像用トナーの製造方法について詳述する。

【0048】

50

本発明の静電荷像現像用トナーの製造方法としては、混練粉碎法、着色剤、離型剤等を重合性単量体とともに懸濁させ、重合性単量体を重合する懸濁重合法、樹脂、着色剤、離型剤等のトナー構成材料を有機溶媒に溶解させ、水系溶媒中に懸濁状態で分散させた後に有機溶媒を除去する溶解懸濁法、樹脂を乳化重合により作製し、顔料、離型剤等の分散液とともにヘテロ凝集させ、その後融合・合一する乳化重合凝集融合合一法などがあるが、これらに限定されることはない。これらの中で、乳化重合凝集融合合一法が最適である。

【0049】

本発明の静電荷像現像用トナーは、一般に、乳化重合法などによりイオン性界面活性剤を含有する樹脂微粒子分散液を調製する工程、着色剤粒子分散液及び離型剤粒子分散液を調製する工程、およびこれらの分散液を混合する工程、前記イオン性界面活性剤とは反対の極性を有する凝集剤によりヘテロ凝集を生じさせることによって樹脂微粒子、着色剤粒子及び離型剤粒子の凝集粒子分散液を調製する工程、樹脂微粒子のガラス転移温度以上の温度に加熱して前記凝集粒子を融合・合一する工程、洗淨工程、乾燥工程を有する製造方法によって得られる。

10

【0050】

(樹脂微粒子分散液調製工程)

結着樹脂として、ビニル系単量体の単独重合体又は共重合体を使用する場合は、イオン性界面活性剤などを用いて乳化重合を実施して樹脂微粒子分散液を作成することができる。また、その他の樹脂の場合は、油性で水への溶解度の比較的低い溶剤に溶解するものであれば樹脂をそれらの溶剤に解かして水中にイオン性の界面活性剤や高分子電解質とともにホモジナイザーなどの分散機で水中に微粒子として分散させ、その後加熱又は減圧して溶剤を蒸散することにより、樹脂微粒子分散液を作成することができる。

20

【0051】

(離型剤粒子分散液調製工程)

離型剤は、水中にイオン性界面活性剤、高分子酸や高分子塩基などの高分子電解質とともに分散し、融点以上に加熱しながら、ホモジナイザーや圧力吐出型分散機を用いて強い剪断を付与して微粒子化し、1 μm 以下の離型剤粒子の分散液を作成することができる。

【0052】

離型剤分散液に用いる界面活性剤の濃度は、離型剤に対し、4重量%以下であることが好ましい。上記範囲の場合、粒子形成の凝集速度が早くなり加熱時間が短くなり、凝集体が増加しないので好ましい。

30

【0053】

(着色剤粒子分散液調製工程)

着色剤は公知の方法で分散されるが、例えば、回転せん断型ホモジナイザー、ボールミル、サンドミル、アトライター、コポールミル等のメディア式分散機、三本ロールミル等のロールミル、ナノマイザー等のキャピテーションミル、コロイドミル、高圧対向衝突式の分散機等が好ましく用いられる。

【0054】

乳化重合凝集融合合一法では、樹脂粒子分散液、着色剤分散液、離型剤分散液及びその他の成分の分散液では、分散媒として例えば水系媒体などが使用される。水系媒体としては、例えば、蒸留水、イオン交換水等の水、アルコールなどが挙げられる。1種単独で使用しても良いし、2種以上を併用しても良い。

40

【0055】

(分散液混合工程～融合・合一工程)

樹脂微粒子分散液、着色剤粒子分散液、及び離型剤粒子分散液の混合工程において、初期の段階では、予め各極性のイオン性分散剤の量のバランスをずらしておき、ポリ塩化アルミニウム等の無機金属塩の重合体を添加してイオンの中和する。その後、ガラス転移温度以下の温度で第1段階の母体凝集粒子を形成し、安定した後、第2段階としてイオンのバランスのずれを補填するような極性、量のイオン性分散剤で処理された樹脂微粒子分散液を添加して、凝集粒子分散液を調製する。さらに必要に応じて凝集粒子中の樹脂微粒

50

子と追加樹脂微粒子に含まれる樹脂のガラス転移温度以下でわずかに加熱して、より高い温度で安定化させたのち、ガラス転移温度以上に加熱することにより凝集形成の第2段階で加えた粒子を母体凝集粒子の表面に付着させたまま合一させても良い。更にこの凝集の段階的操作は複数回、くり返し実施してもよい。この2段階法は離型剤と着色剤の内包性を向上させるのに有効である。

【0056】

本発明において離型剤粒子は、凝集粒子形成後に離型剤粒子を被覆し、表面修飾のための樹脂微粒子を被覆することが好ましい。

【0057】

凝集工程では、凝集粒子がヘテロ凝集等により形成される。凝集粒子の安定化、粒度/粒度分布制御を目的に、凝集粒子とは極性が異なるイオン性界面活性剤や、金属塩等を有する化合物を添加する。

10

【0058】

乳化重合凝集融合合一法の凝集粒子分散液の調製工程において、凝集剤として二価以上の電荷を有する無機金属塩を使用することができるが、具体的には塩化マグネシウム、硫酸アルミニウム、硫酸カルシウム、硝酸アルミニウム、硫酸銅、ポリ塩化アルミニウム等が挙げられる。その中でも、凝集粒子の安定性、凝集剤の熱や経時的安定性を考慮すると、ポリ塩化アルミニウムが好適である。

【0059】

融合工程では、樹脂のガラス転移温度以上の温度に加熱して熔融する。

20

付着工程では、凝集粒子分散液中に微粒子分散液を添加混合して、母粒子である凝集粒子の表面に前記の微粒子を均一に付着し、付着粒子を形成する。付着粒子もヘテロ凝集等により形成される。融合工程では、付着粒子中の樹脂を熔融して融合し、静電荷像現像用トナー粒子が形成される。

【0060】

このように乳化重合凝集融合合一法では、樹脂粒子などを凝集して加熱し、樹脂粒子を融合合一させるためシェアは小さくなる。また、粒子は融合合一されるため離型剤や着色剤を均一にトナーに内包化することができ、トナー表面の組成を均一にすることが容易である。

【0061】

本発明のトナーの製造方法において、樹脂微粒子の乳化重合、着色剤の分散、樹脂微粒子の添加分散、離型剤の分散、それらの凝集、又は、その安定化などの目的で界面活性剤を用いることができる。界面活性剤として、硫酸エステル塩系、スルホン酸塩系、リン酸エステル系、せっけん系等のアニオン性界面活性剤、及びアミン塩型、4級アンモニウム塩型等のカチオン性界面活性剤を例示できる。また、ポリエチレングリコール系、アルキルフェノールエチレンオキサイド付加物系、多価アルコール系等の非イオン性界面活性剤を併用することも効果的である。これらの中でもアニオン系界面活性剤、カチオン系界面活性剤などのイオン性界面活性剤が好適である。

30

【0062】

一般的にはアニオン系界面活性剤は分散力が強く、樹脂粒子や着色剤の分散に適しており、カチオン系界面活性剤は離型剤の分散に有効である。非イオン系界面活性剤は、アニオン系界面活性剤やカチオン系界面活性剤と併用されるのが好ましい。界面活性剤は1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

40

【0063】

アニオン系界面活性剤の具体例としては、ラウリン酸カリウム、オレイン酸ナトリウム、ヒマシ油ナトリウム等の脂肪酸セッケン類；オクチルサルフェート、ラウリルサルフェート、ラウリルエーテルサルフェート、ノニルフェニルエーテルサルフェート等の硫酸エステル類；ラウリルスルホネート、ドデシルベンゼンスルホネート、トリイソピルナフタレンスルホネート、ジブチルナフタレンスルホネートなどのアルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム、ナフタレンスルホネートホルマリン縮合物、モノオクチルスルホサクシ

50

ネート、ジオクチルスルホサクシネート、ラウリン酸アミドスルホネート、オレイン酸アミドスルホネート等のスルホン酸塩類；ラウリルホスフェート、イソプロピルホスフェート、ノニルフェニルエーテルホスフェート等のリン酸エステル類；ジオクチルスルホコハク酸ナトリウムなどのジアルキルスルホコハク酸塩類、スルホコハク酸ラウリル2ナトリウム等のスルホコハク酸塩類などが挙げられる。

【0064】

カチオン系界面活性剤の具体例としては、ラウリルアミン塩酸塩、ステアリルアミン塩酸塩、オレイルアミン酢酸塩、ステアリルアミン酢酸塩、ステアリルアミノプロピルアミン酢酸塩等のアミン塩類；ラウリルトリメチルアンモニウムクロライド、ジラウリルジメチルアンモニウムクロライド、ジステアリルアンモニウムクロライド、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド、ラウリルジヒドロキシエチルメチルアンモニウムクロライド、オレイルビスポリオキシエチレンメチルアンモニウムクロライド、ラウロイルアミノプロピルジメチルエチルアンモニウムエトサルフェート、ラウロイルアミノプロピルジメチルヒドロキシエチルアンモニウムパークロレート、アルキルベンゼンジメチルアンモニウムクロライド、アルキルトリメチルアンモニウムクロライド等の4級アンモニウム塩類などが挙げられる。

【0065】

非イオン性界面活性剤の具体例としては、ポリオキシエチレンオクチルエーテル、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル等のアルキルエーテル類；ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル等のアルキルフェニルエーテル類；ポリオキシエチレンラウレート、ポリオキシエチレンステアレート、ポリオキシエチレンオレート等のアルキルエステル類；ポリオキシエチレンラウリルアミノエーテル、ポリオキシエチレンステアリルアミノエーテル、ポリオキシエチレンオレイルアミノエーテル、ポリオキシエチレン大豆アミノエーテル、ポリオキシエチレン牛脂アミノエーテル等のアルキルアミン類；ポリオキシエチレンラウリン酸アミド、ポリオキシエチレンステアリン酸アミド、ポリオキシエチレンオレイン酸アミド等のアルキルアミド類；ポリオキシエチレンヒマシ油エーテル、ポリオキシエチレンナタネ油エーテル等の植物油エーテル類；ラウリン酸ジエタノールアミド、ステアリン酸ジエタノールアミド、オレイン酸ジエタノールアミド等のアルカノールアミド類；ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノパルミエート、ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレエート等のソルビタンエステルエーテル類などが挙げられる。

【0066】

これらの界面活性剤の分散手段としては、回転剪断型ホモジナイザーやメディアを有するボールミル、サンドミル、ダイノミルなどの一般的なものを使用できる。

【0067】

また、着色剤粒子として、極性樹脂微粒子で被覆した着色剤粒子を用いる場合、樹脂と着色剤を溶剤（水、界面活性剤、アルコールなど）中に溶解分散した後、上記のような適当な分散剤（活性剤を含む）と共に水中に分散させ、加熱、減圧して溶剤を除去して得る方法や、乳化重合により作成された樹脂微粒子表面に機械的な剪断力、又は電気的な吸着力で着色剤粒子を固定化する方法などを採用することができる。これらの方法は、凝集粒子に添加される着色剤の遊離を抑制したり、帯電性の着色剤依存性を改善することに有効である。

【0068】

流動性付与やクリーニング性向上の目的で微粒子を添加してもよい。微粒子の添加方法としては、トナーの乾燥後、Vブレンダー、ヘンシェルミキサー等の混合機を用いて乾式でトナー表面に付着させてもよいし、微粒子を水または水/アルコールのごとき水系の液体に分散させた後、スラリー状態のトナーに添加し乾燥させトナー表面に外添剤を付着させてもよい。また、乾燥粉体にスラリーをスプレーしながら乾燥してもよい。

10

20

30

40

50

【0069】

本発明では、融合・合一の終了後、任意の洗浄工程、固液分離工程、乾燥工程を経て所望のトナーを得ることができる。洗浄工程は、帯電性を発現・維持するため、十分にイオン交換水による置換洗浄を施すことが好ましい。また、固液分離工程は、特に制限はないが、生産性の点から吸引濾過、加圧濾過、遠心濾過、デカンター等が好ましく用いられる。

乾燥工程も特に制限はないが、生産性の点から通気乾燥装置、噴霧乾燥装置、回転乾燥装置、気流乾燥装置、流動層乾燥装置、伝熱加熱型乾燥装置、凍結乾燥装置などが好ましく用いられる。

【0070】

次に、架橋剤を導入させた樹脂を結着樹脂を用い、トナーの体積平均粒径が $3\mu\text{m} \sim 9\mu\text{m}$ であり、無機金属塩の量と架橋剤量の関係を一定範囲内に制限する静電荷現像用トナーについて説明する。本発明は、上記構成とすることによって連続複写時や高速複写時における定着部材の温度変化によらず、定着領域の広いトナーを提供できるようにしたものである。

【0071】

本発明において無機金属塩量、架橋剤量の関数である下記式(1)の X を $97 \leq X \leq 250$ とすることによって、定着領域の広いトナーを得ることができる。

$$X = 874.8 \times \text{無機金属塩価数} / 4 \times \text{無機金属添加量} + 23.1 \times \text{架橋剤濃度} - 58.2 \quad (1)$$

式(1)中、無機金属添加量とは、トナーの全固形分100重量%に対する、無機金属塩の添加量(固形分)を重量%で表したものである。

式(1)中、架橋剤濃度とは、結着樹脂100重量%に対する架橋剤の添加量を重量%で表したものである。

X が97より小さくなると無機金属塩架橋と共有結合架橋の量が不足し、十分な定着領域を確保することができない。また、 X が250より大きくなると凝集性が悪いまたは粗粉量が増加するなど製造上、特性上に問題が生じるため好ましくない。 X の範囲としては $100 \leq X \leq 160$ がより好ましい。

【0072】

トナーの体積平均粒径は $3 \sim 9\mu\text{m}$ であるが、 $4 \sim 8\mu\text{m}$ が好ましい。上記範囲であると定着画像表面が平滑になり光沢度むらが生じにくく、現像剤の寿命も短くならないので好ましい。

ここで、トナーの体積平均粒径とは、コールターカウンターTA-II(日科機社製)、マルチサイザーII(日科機社製)等の測定器(アパーチャー径 $100\mu\text{m}$)を用いて測定することができ、累積体積平均粒径のことである。

【0073】

本発明のトナーの重量平均分子量 M_w は、 $20,000$ 以上の範囲が定着領域を確保するのに適している。好ましくは $25,000$ 以上 $90,000$ 以下であり、より好ましくは $30,000$ 以上 $70,000$ 以下である。重量平均分子量 M_w が上記範囲であると、高温定着領域でのホットオフセットの発生を防ぐことができる。

【0074】

トナーのガラス転移温度(T_g)は、 $45 \sim 70$ の範囲が適しており、より好ましくは $47 \sim 65$ の範囲であり、更に好ましくは $55 \sim 60$ の範囲である。 T_g が上記範囲であると保存性が良好であり、トナー定着に必要な熱量も大きくなりないので、トナーの省電力化、高速化に対応できる。

【0075】

(結着樹脂)

結着樹脂として使用できる樹脂は、前記の結着樹脂として使用できる樹脂と同じである。

【0076】

本発明のトナーには、前記の単量体に加えて、架橋剤が必要である。一般に架橋剤を用

10

20

30

40

50

いて結着樹脂を重合すると、高温領域での結着樹脂の粘度低下をより少なくすることができるため、特にホットオフセットの発生を抑制するのに有効である。特に脂肪族化合物の架橋剤は、伸縮性に優れているため、架橋した場合、樹脂粘度の上昇を制御しやすく、そのため定着画像の折り曲げに対する割れ性を維持したまま、ホットオフセットの発生を抑制できる利点がある。

【0077】

芳香族化合物を架橋剤とする結着樹脂は、初期の段階では必要な特性を得ることができるが、芳香族化合物は伸縮性に乏しいため、低グロス領域における定着画像の割れ性の制御も困難になる。そのため、定着特性のさらなる改善のためには、脂肪族化合物の架橋剤を使用することが好ましい。

10

【0078】

脂肪族化合物の架橋剤の具体例としては、ブタンジオールメタクリレート、ヘキサンジオールアクリレート、オクタンジオールメタクリレート、デカンジオールアクリレート、ドデカンジオールメタクリレート等の直鎖多価アルコールの(メタ)アクリル酸エステル類、ネオペンチルグリコールジメタクリレート、2-ヒドロキシ、1,3-ジアクリロキシプロパン等の分枝、置換多価アルコールの(メタ)アクリル酸エステル類、ポリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ポリプロピレンポリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート類、コハク酸ジビニル、アジピン酸ジビニル、スベリン酸ジビニル、セバシン酸ジビニル等の多価カルボン酸のジビニルエステル等である。本発明のトナーでは、これらの架橋剤を1種単独で用いてもよく、2種以上を併用して用いても良い。

20

【0079】

これらの架橋剤の結着樹脂に対する添加量は、0.1~3重量%の範囲が適当である。好ましくは0.3~2.0重量%の範囲、より好ましくは0.5~1.5重量%の範囲が適当である。上記範囲であると、光沢度むらが発生しにくく、結着剤の粘度も上昇しにくいため透明性が良好となり、架橋剤を添加する効果が得られる。

【0080】**(離型剤)**

本発明に使用できる離型剤は、前記の離型剤と同じである。

これらの離型剤の添加量としては、トナーに対して0.5~50重量%の範囲が適当である。好ましくは1~30重量%の範囲、より好ましくは5~15重量%の範囲が適当である。上記範囲であると離型剤を添加する効果が得られる。また、トナー表面の露出量が適度となるため、流動性や帯電特性が良好となる。

30

ワックスの融点は40~150が好ましく、50~120がより好ましい。

【0081】**(着色剤)**

本発明に使用できる着色剤は、前記の着色剤と同じである。

【0082】**(無機金属塩)**

本発明のトナーは、2価以上の電荷を有する無機金属塩を含有する。2価以上の電荷を有する無機金属塩の具体例として、塩化マグネシウム、硫酸アルミニウム、硫酸カルシウム、硝酸アルミニウム、硫酸銅、ポリ塩化アルミニウム等が挙げられる。その中でも、凝集粒子の安定性、凝集剤の熱や経時的安定性を考慮すると、ポリ塩化アルミニウムが好適である。

40

無機金属塩の添加量は、トナーの全固形分100重量%に対して0.05~1.0重量%が好ましく、0.15~0.30重量%がより好ましい。

【0083】**(製造方法)**

架橋剤を導入させた樹脂を結着樹脂を用い、トナーの体積平均粒径が3 μ m~9 μ mであり、無機金属塩の量と架橋剤量の関係を一定範囲内にしたトナーは、上記の材料を使用して、すでに述べた製造方法と同様の方法によって製造することができる。

50

【0084】

次に、本発明の静電荷像現像剤について説明する。

本発明の静電荷像現像剤は、前記の静電荷像現像用トナーを含有させたものであり、目的に応じて他の成分を配合することができる。本発明の静電荷像現像剤は、前記の静電荷像現像用トナーを単独で用いると一成分系の静電荷像現像剤として調製され、また、キャリアと組み合わせて用いると二成分系の静電荷像現像剤として調製される。キャリアには特に制限はなく、それ自体公知のキャリアが挙げられ、例えば、特開昭62-39879号公報、特開昭56-11461号公報等に記載された樹脂被覆キャリア等の公知のキャリアを使用することができる。

【0085】

(キャリア)

樹脂被覆キャリアの核体粒子としては、鉄粉、フェライト、マグネタイトなどの造型物が挙げられ、その平均径は30~200 μ m程度である。被覆樹脂としては、例えば、スチレン、パラクロロスチレン、 α -メチルスチレン等のスチレン類、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-プロピル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸n-プロピル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸2-エチルヘキシル等の α -メチレン脂肪酸モノカルボン酸類、ジメチルアミノエチルメタクリレート等の含窒素アクリル類、アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類、2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン等のビニルピリジン類、ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類、ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロペニルケトン等のビニルケトン類、エチレン、プロピレン等のオレフィン類、弗化ビニリデン、テトラフルオロエチレン、ヘキサフルオロエチレン等のビニル系フッ素含有モノマー等の単独重合体、又は2種類以上のモノマーからなる共重合体、メチルシリコーン、メチルフェニルシリコーン等のシリコーン類、ビスフェノール、グリコール等を含有するポリエステル類、エポキシ樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエーテル樹脂、ポリカーボネート樹脂等が挙げられる。これらの樹脂は、1種単独で用いてもよいし、あるいは2種以上併用してもよい。

【0086】

被覆樹脂量は、核体粒子100重量部に対して0.1~10重量部の範囲が好ましく、0.5~3.0重量部の範囲がより好ましい。キャリアの製造には、加熱型ニーダー、加熱型ヘンシェルミキサー、UMミキサーなどを使用することができる。被覆樹脂の量によっては、加熱型流動転動床、加熱型キルンなどを使用することができる。静電荷像現像剤におけるトナーとキャリアとの混合比には特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができる。

【0087】

(画像形成方法)

本発明の画像形成方法は、静電荷像担持体上に静電潜像を形成する工程、トナーを含む静電荷像現像剤により静電荷像担持体上の静電潜像を現像してトナー画像を形成する工程、トナー画像を転写体上に転写する工程、及びトナー画像を定着する工程を含む。各工程はそれ自体一般的な工程であり、例えば特開昭56-40868号公報、特開昭49-91231号公報等に記載されている。なお、本発明の画像形成方法は、公知のコピー機、ファクシミリ機等の画像形成装置を用いて実施することができる。特に潜像担持体のプロセススピード300mm/s以上のシステムにおいて本発明のトナーは有効である。

【0088】

静電潜像の形成は、静電潜像担体上に静電潜像を形成するものであり、トナー画像の形成は、現像剤担体上の現像剤で静電潜像を現像してトナー画像を形成するものである。転写は、トナー画像を定着基材上に転写するものであり、定着は、定着基材上に転写されたトナー画像を、定着部材からの加熱で定着基材上に定着するものである。

【0089】

10

20

30

40

50

前記定着部材の表面エネルギーは小さいほど、定着時に溶融トナーの付着を防止するために有利である。具体的には水との接触角が大きいほど、溶融トナーの付着には有利であり、水との接触角が80°以上が好ましい。より好ましくは水との接触角が90°以上であり、さらに好ましくは水との接触角が100°以上がよい。水との接触角が80°を下回ると、溶融トナーとの付着が生じやすくなり、定着部材に付着したトナーが再び定着基材に付着してオフセットを発生するので好ましくない。

【0090】

定着は、用紙等の定着基材を2つの定着部材の間を通過させる間に定着基材上のトナー画像を加熱溶融して定着する。この定着部材ロール又はベルトの形態をなし、少なくとも一方に加熱装置を装着している。定着部材はロールやベルトをそのまま用いるか、その表面に樹脂を被覆して用いる。

10

【0091】

定着ロールは、シリコンゴム、バイトンゴムなどを芯材表面に被覆して作られる。

定着ベルトは、ポリアミド、ポリイミド、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を単独か又は2種以上を混合して用いる。また、ロールとベルトの被覆樹脂は、例えば、スチレン、パラクロロスチレン、 α -メチルスチレン等のスチレン類、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-プロピル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸n-プロピル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸2-エチルヘキシル等の α -メチレン脂肪酸モノカルボン酸類、ジメチルアミノエチルメタクリレート等の含窒素アクリル類、アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類、2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン等のビニルピリジン類、ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類、ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロペニルケトン等のビニルケトン類、エチレン、プロピレン等のオレフィン類、弗化ビニリデン、テトラフルオロエチレン、ヘキサフルオロエチレン等のビニル系フッ素含有モノマー等の単独重合体、又は2種類以上のモノマーからなる共重合体、メチルシリコン、メチルフェニルシリコン等のシリコン類、ビスフェノール、グリコール等を含有するポリエステル類、エポキシ樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエーテル樹脂、ポリカーボネート樹脂等が挙げられる。これらの樹脂は、1種単独で用いてもよいし、2種以上併用してもよい。具体例としては、ポリテトラフルオロエチレン、弗化ビニリデン、弗化エチレン等の含フッ素化合物の単独重合体及び/又はそれらの共重合体、エチレン、プロピレン等の不飽和炭化水素の単独重合体及び/又はそれらの共重合体を用いることができる。

20

30

【0092】

トナーを定着させる定着基材は紙、樹脂フィルム等が用いられる。そして、定着用紙としては、紙表面の一部又は全部に樹脂をコートしたコート紙を用いることができる。また、定着用樹脂フィルムも表面に他の種類の樹脂で一部又は全部をコートした樹脂コートフィルムを使用することもできる。また、紙、樹脂フィルムの摩擦及び/又は摩擦に起因する静電気等によって生じる定着基材の重送を防止し、かつ、定着時に定着基材と定着画像との界面に離型剤が溶出して定着画像の密着性が悪化することを防止する目的で、樹脂微粒子や無機微粒子を添加することもできる。

40

【0093】

紙や樹脂フィルムの被覆樹脂の具体例としては、スチレン、パラクロロスチレン、 α -メチルスチレン等のスチレン類、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-プロピル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸n-プロピル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸2-エチルヘキシル等の α -メチレン脂肪酸モノカルボン酸類、ジメチルアミノエチルメタクリレート等の含窒素アクリル類、アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類、2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン等のビニルピリジン類、ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類、ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、

50

ビニルイソプロペニルケトン等のビニルケトン類、エチレン、プロピレン等のオレフィン類、弗化ビニリデン、テトラフルオロエチレン、ヘキサフルオロエチレン等のビニル系フッ素含有モノマー等の単独重合体、又は2種類以上のモノマーからなる共重合体、メチルシリコン、メチルフェニルシリコン等のシリコン類、ビスフェノール、グリコール等を含むポリエステル類、エポキシ樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエーテル樹脂、ポリカーボネート樹脂等が挙げられる。これらの樹脂は1種単独で用いてもよいし、2種以上併用してもよい。

【0094】

また、無機微粒子の具体例としては、例えば、シリカ、チタニア、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、リン酸三カルシウム、酸化セリウム等、通常トナー表面の外添剤として使用される全ての粒子が使用できる。樹脂微粒子としては、例えば、ビニル系樹脂、ポリエステル樹脂、シリコン樹脂等の通常トナー表面の外添剤として使用される全ての粒子が使用できる。なお、これらの無機微粒子や有機微粒子は、流動性助剤、クリーニング助剤等としても使用できる。

10

【実施例】

【0095】

以下、実施例により本発明をさらに詳しく説明するが、これらにより本発明は限定されるものではない。なお、以下の説明において、特に断りのない限り、「部」はすべて「重量部」を意味する。

本発明のトナーは、次の方法で製造した。即ち、下記の樹脂微粒子分散液、着色剤粒子分散液、及び離型剤粒子分散液をそれぞれ調製し、これを所定量混合攪拌しながら、無機金属塩の重合体を添加してイオンの中和し、上記各粒子の凝集体を形成した。無機水酸化物で系内のpHを弱酸性から中性に調整した後、前記樹脂微粒子のガラス転移温度以上の温度に加熱し、前記凝集体を融合・合一させた。その後、十分な洗浄・固液分離・乾燥の工程を経て所望のトナーを得た。以下に、それぞれの材料の調製方法、凝集粒子の作成方法の具体例を示す。

20

【0096】

(樹脂微粒子分散液1の調製)

スチレン	320重量部
n-ブチルアクリレート	80重量部
アクリル酸	6重量部
ドデカンチオール	20重量部
四臭化炭素	4重量部

30

上記の成分を混合溶解し、他方、非イオン性界面活性剤ノニポール400(花王(株)製)6g、アニオン性界面活性剤ネオゲンSC(第一工業製薬(株)製)10gをイオン交換水500gに溶解したものをフラスコ中に収容し、上記の混合溶液を添加して分散し乳化して、10分間ゆっくりと攪拌・混合しながら、過硫酸アンモニウム4gを溶解したイオン交換水溶液50gを投入した。次いで、系内を十分に窒素で置換した後、フラスコを攪拌しながらオイルバスで系内が70℃になるまで加熱し、5時間そのまま乳化重合を継続した。これにより樹脂微粒子の中心粒径160nm、ガラス転移温度58℃、重量平均分子量Mw35,000のアニオン性樹脂微粒子分散液を得た。

40

【0097】

(樹脂微粒子分散液2の調製)

スチレン310重量部、n-ブチルアクリレート90重量部にした以外は実施例1と同様に樹脂微粒子分散液の調整を行い、中心粒径170nm、ガラス転移温度52℃、重量平均分子量Mw34,000のアニオン性樹脂微粒子分散液を得た。

【0098】

(樹脂微粒子分散液3の調製)

スチレン315重量部、n-ブチルアクリレート85重量部にした以外は実施例1と同様に樹脂微粒子分散液の調整を行い、中心粒径170nm、ガラス転移温度55℃、重量

50

平均分子量 M_w 36,000 のアニオン性樹脂微粒子分散液を得た。

【0099】

(着色剤粒子分散液1の調製)

シアン顔料PB15:3(大日精化工業(株)製) 50重量部
 アニオン性界面活性剤(ネオゲンSC、第一工業製薬(株)製) 5重量部
 イオン交換水 200重量部

上記成分を混合溶解し、ホモジナイザー(IKA社製ウルトラタラックス)と超音波照射により分散して中心粒径167nmの着色剤粒子分散液を得た。

【0100】

(着色剤粒子分散液2の調製)

着色剤に黒顔料(カーボンブラック:キャボット社製)を用いた以外は着色剤粒子分散液の調製1と同様にして中心粒径159nmの着色剤粒子を分散した分散液を得た。

【0101】

(離型剤粒子分散液1の調製)

ポリエチレンワックスPW500 50重量部
 (融点81.3、東洋ペトロライト(株)製)
 アニオン性界面活性剤 2.3重量部
 (ネオゲンSC、第一工業製薬(株)製固形分65%)
 イオン交換水 200重量部

上記成分を95に加熱して、IKA社製ウルトラタラックスT50で十分に分散した後、圧力吐出型ホモジナイザーで分散処理し、中心粒径280nmの離型剤粒子分散液を得た。

【0102】

(離型剤粒子分散液2の調製)

ポリエチレンワックスPW500をポリエチレンワックスPW600(融点87.9、東洋ペトロライト(株)製)に変えた以外は、離型剤粒子分散液1の調整と同様にして、中心粒径290nmの離型剤粒子分散液を得た。

【0103】

(離型剤粒子分散液3の調製)

ポリエチレンワックスPW500をパラフィンワックスHNP9(融点77.7。日本精蠟(株)製)、アニオン性界面活性剤(ネオゲンSC、第一工業製薬(株)製固形分65%)を3重量部に変えた以外は、離型剤粒子分散液1の調整と同様にして、中心粒径290nmの離型剤粒子分散液を得た。

【0104】

(離型剤粒子分散液4の調製)

ポリエチレンワックスPW500をポリエチレンワックスPW850(融点106.7、東洋ペトロライト(株)製)に変えた以外は、離型剤粒子分散液1の調整と同様にして、中心粒径300nmの離型剤粒子分散液を得た。

【0105】

(離型剤粒子分散液5の調製)

ポリエチレンワックスPW500をジステアリン酸ペンタエリスリトール(融点49.8)に変えた以外は、離型剤粒子分散液1の調整と同様にして、中心粒径250nmの離型剤粒子分散液を得た。

【0106】

(離型剤粒子分散液6の調製)

アニオン性界面活性剤(ネオゲンSC、第一工業製薬(株)製固形分65%)を3.8重量部に変えた以外は、離型剤粒子分散液3の調整と同様にして、中心粒径290nmの離型剤粒子分散液を得た。

【0107】

[実施例1]

10

20

30

40

50

上記樹脂微粒子分散液 3	180 重量部
上記着色剤粒子分散液 2	57 重量部
上記離型剤粒子分散液 1	86 重量部
ポリ塩化アルミニウム (10%水溶液)	2.4 重量部

上記の成分を丸型ステンレス製フラスコ中で I K A 社製のウルトラタラックス T 5 0 を用い十分に混合・分散した後、加熱用オイルバスでフラスコを攪拌しながら 5 5 まで加熱した。5 5 (初期加熱温度)で保持した後、ここに上記と同じ樹脂微粒子分散液を緩やかに 1 0 0 重量部追加した。

その後、濃度 0.5 mol/L の水酸化ナトリウム水溶液を用いて系内の pH を 6.5 に調整した後、ステンレス製フラスコを密閉し、攪拌軸のシールを磁力シールして攪拌を継続しながら 9 7 まで加熱した。反応終了後、冷却し、濾過、イオン交換水で十分に洗浄した後、ヌッチェ式吸引濾過により固液分離を行った。これをさらに 4 0 のイオン交換水 3 L を用いて再分散し、15 分間 3 0 0 r p m で攪拌・洗浄した。この洗浄操作をさらに 5 回繰り返し、ヌッチェ式吸引濾過により No. 5 A ろ紙を用いて固液分離を行った。次いで真空乾燥を 1 2 時間継続してトナーを得た。

この時のトナーの体積平均粒径 D 5 0 をコールターカウンターで測定したところ 6.5 μ m、体積平均粒度分布指標 G S D v は 1.19 であった。ルーゼックス社製のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 S F 1 は 1 3 0 で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。

【0108】

〔実施例 2〕

上記樹脂微粒子分散液 2	180 重量部
上記着色剤粒子分散液 2	57 重量部
上記離型剤粒子分散液 1	86 重量部

初期加熱温度：5 2

にした以外は、実施例 1 と同様にして、平均粒径 6.6 μ m のトナー粒子を得た。体積平均粒度分布指標 G S D v は 1.19 であった。ルーゼックス社製のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 S F 1 は 1 3 2 で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。

【0109】

〔実施例 3〕

上記樹脂微粒子分散液 2	180 重量部
上記着色剤粒子分散液 2	57 重量部
上記離型剤粒子分散液 2	86 重量部

初期加熱温度：5 2

にした以外は、実施例 1 と同様にして、平均粒径 5.8 μ m のトナー粒子を得た。体積平均粒度分布指標 G S D v は 1.18 であった。ルーゼックス社製のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 S F 1 は 1 3 3 で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。

【0110】

〔実施例 4〕

上記樹脂微粒子分散液 2	180 重量部
上記着色剤粒子分散液 2	57 重量部
上記離型剤粒子分散液 2	86 重量部

初期加熱温度：5 2

にし、5 2 での加熱時間を延ばし、粒径を大きくした以外は、実施例 1 と同様にして、平均粒径 6.6 μ m のトナー粒子を得た。体積平均粒度分布指標 G S D v は 1.19 であった。ルーゼックス社製のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 S F 1 は 1 3 1 で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。

【0111】

〔実施例 5〕

上記樹脂微粒子分散液 2 180 重量部
 上記着色剤粒子分散液 1 57 重量部
 上記離型剤粒子分散液 2 86 重量部
 初期加熱温度：52

にした以外は、実施例 1 と同様にして、平均粒径 6.4 μm のトナー粒子を得た。体積平均粒度分布指標 GSDv は 1.17 であった。ルーゼックス社製のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SF1 は 134 で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。

【0112】

10

〔比較例 1〕

上記樹脂微粒子分散液 2 180 重量部
 上記着色剤粒子分散液 2 57 重量部
 上記離型剤粒子分散液 3 86 重量部
 初期加熱温度：54

にした以外は、実施例 1 と同様にして、平均粒径 6.5 μm のトナー粒子を得た。体積平均粒度分布指標 GSDv は 1.21 であった。ルーゼックス社製のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SF1 は 134 で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。

【0113】

20

〔比較例 2〕

上記樹脂微粒子分散液 2 180 重量部
 上記着色剤粒子分散液 2 57 重量部
 上記離型剤粒子分散液 4 86 重量部
 初期加熱温度：52

にした以外は、実施例 1 と同様にして、平均粒径 6.6 μm のトナー粒子を得た。体積平均粒度分布指標 GSDv は 1.18 であった。ルーゼックス社製のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SF1 は 133 で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。

【0114】

30

〔比較例 3〕

上記樹脂微粒子分散液 2 180 重量部
 上記着色剤粒子分散液 2 57 重量部
 上記離型剤粒子分散液 5 86 重量部
 初期加熱温度：50

にした以外は、実施例 1 と同様にして、平均粒径 6.5 μm のトナー粒子を得た。体積平均粒度分布指標 GSDv は 1.23 であった。ルーゼックス社製のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SF1 は 124 で球形に近い形状であることが観察された。

【0115】

40

〔比較例 4〕

上記樹脂微粒子分散液 1 180 重量部
 上記着色剤粒子分散液 2 57 重量部
 上記離型剤粒子分散液 1 86 重量部
 初期加熱温度：58

にした以外は、実施例 1 と同様にして、平均粒径 6.4 μm のトナー粒子を得た。体積平均粒度分布指標 GSDv は 1.21 であった。ルーゼックス社製のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数 SF1 は 133 で丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。

【0116】

50

(評価方法)

このトナー粒子にシリカ(キャボット社製、TS720)を0.8重量%添加混合してトナーを得た。また、50 μ mのフェライトコアにポリメチルメタクリレート(綜研化学(株)製)を1重量%コートしてキャリアを調製した。これらのキャリアとトナーを混合し、トナー濃度が8重量%となるように調製して現像剤を作製した。

【0117】

・オフセット温度の測定

富士ゼロックス(株)製V500増速改造定着装置を用いて測定した。加熱ロール温度を150 から200 まで5 づつ昇温させ、オフセットの発生を目視で確認し、発生した時の温度をオフセット温度とした。本試験において、未発生と表記したものは250 までオフセットが発生しなかったものである。

10

・画質試験

富士ゼロックス(株)製V500改造機を用いて定着画像を作成して、目視により画像の均一性を評価した。

・誘電損率

得られたトナー5gを直径5cmの円形状の成型機で10tの加重を5分間かけ、成型を行った後、5V、1KHzで測定した。

・粗大粉量

トナー100gを1mmと25 μ mの目開きの網を重ねて篩分した後、25 μ mの篩上に残っている粗大粉を目視で確認した。

20

結果を表1に示す。

【0118】

【表 1】

	顔料	樹脂 Tg	ワックス種	ワックス mp	ワックス Tg以下% [$a/b \times 100$]	トナー 径(μm) [c]	界面活性剤量 /ワックス量	$a/(b \times c)$	粗大 粉量	オフセット	画質	誘電 損率
実施例 1	カーボン	55	PW500	81.3	7.0	6.5	3.0%	0.46	なし	未発生	良好	0.02
実施例 2	カーボン	52	PW500	81.3	4.1	6.6	3.0%	0.27	なし	未発生	良好	0.02
実施例 3	カーボン	52	PW600	87.9	3.8	5.8	3.0%	0.22	なし	未発生	良好	0.03
実施例 4	カーボン	52	PW600	87.9	3.8	6.6	3.0%	0.25	なし	未発生	良好	0.03
実施例 5	PB15:3	52	PW600	87.9	3.8	6.4	3.0%	0.24	なし	未発生	良好	0.03
比較例 1	カーボン	52	HNP9	77.7	0.0	6.5	3.9%	0.00	多い	未発生	不均一	0.06
比較例 2	カーボン	52	PW850	106.7	2.3	6.6	3.0%	0.15	なし	200	良好	0.02
比較例 3	カーボン	52	ジステアリン酸ペンタ エリスリトール	49.8	95.0	6.5	3.0%	6.18	多い	170	不均一	0.06
比較例 4	カーボン	58	PW500	81.3	10.2	6.4	3.0%	0.65	多い	未発生	不均一	0.02

10

20

30

40

50

(樹脂微粒子分散液4の調整)

スチレン	480部
n-ブチルアクリレート	119部
ドデカンチオール	9.4部
デカンジオールジアクリレート	4.2部
イオン交換水	250部
アニオン性界面活性剤	12部

前記成分を混合溶解して混合溶液Aを調製し、他方、アニオン性界面活性剤(ダウケミカル社製、ダウファックス)1重量部をイオン交換水550重量部に溶解し、混合溶液A430重量部を加えてフラスコ中で分散し乳化させた。引き続き、過硫酸アンモニウム9重量部を溶解したイオン交換水52重量部を投入し、系内を窒素で十分に置換した後、フラスコを撹拌しながらオイルバスで系内が70℃になるまで加熱し、2時間そのまま乳化重合を継続した。さらに、混合溶液A444.6重量部にドデカンチオール5重量部を加えて分散し乳化させた液を系内に投入し、70℃で3時間乳化重合し、微粒子の中心径が178nm、ガラス転移温度が58.2℃、重量平均分子量が38,000、固形分量が42%の樹脂微粒子分散液4を得た。

【0120】

(樹脂微粒子分散液5の調整)

樹脂微粒子分散液4の調整においてデカンジオールジアクリレート量を6重量部に変更したこと以外は樹脂微粒子分散液4と同様の方法で、樹脂微粒子分散液5を得た。微粒子の中心径は182nm、ガラス転移温度は57.5℃、重量平均分子量は42,000であった。

【0121】

(樹脂微粒子分散液6の調整)

樹脂微粒子分散液4の調整においてデカンジオールジアクリレート量を18重量部に変更したこと以外は樹脂微粒子分散液4と同様の方法で、樹脂微粒子分散液6を得た。微粒子の中心径が169nm、ガラス転移温度が56.4℃、重量平均分子量が45,000であった。

【0122】

(樹脂微粒子分散液7の調整)

樹脂微粒子分散液4の調整においてドデカンチオール量を18.8重量部に変更したこと以外は樹脂微粒子分散液4と同様の方法で、樹脂微粒子分散液7を得た。微粒子の中心径は180nm、ガラス転移温度は57.0℃、重量平均分子量は32,000であった。

【0123】

(樹脂微粒子分散液8の調整)

樹脂微粒子分散液4の調整においてデカンジオールジアクリレート量を2.1重量部に変更したこと以外は樹脂微粒子分散液4と同様の方法で、樹脂微粒子分散液8を得た。微粒子の中心径は175nm、ガラス転移温度は59.1℃、重量平均分子量は35,000であった。

【0124】

(樹脂微粒子分散液9の調整)

樹脂微粒子分散液8の調整においてドデカンチオール量を2.1重量部、ドデカンチオール量を4.2重量部に変更したこと以外は樹脂微粒子分散液4と同様の方法で、樹脂微粒子分散液9を得た。微粒子の中心径は178nm、ガラス転移温度は59.8℃、重量平均分子量は42,000であった。

【0125】

(着色剤粒子分散液3の調製)

黒顔料(キャボット製、カーボンブラック)	50重量部
非イオン性界面活性剤(三洋化成(株)製、ノニポール400)	5重量部

イオン交換水 200重量部

前記成分を混合溶解し、ホモジナイザー（I K A社製、ウルトラタラックス）により10分間分散し、中心径123nm、固形分量21.5%の着色剤粒子分散液3を得た。

【0126】

（離型剤粒子分散液7の調製）

ワックス 50重量部

（東洋ペトロライト（株）製、ポリワックス725；融点98）

カチオン性界面活性剤（花王（株）製、サニゾール B50） 5重量部

イオン交換水 200重量部

前記成分を95に加熱して、ホモジナイザー（I K A社製、ウルトラタラックスT50）で十分に分散した後、圧力吐出型ホモジナイザー（ゴーリンホモジナイザー、ゴーリン社製）で分散処理し、中心径180nm、固形分量21.0%の離型剤粒子分散液7を得た。

【0127】

〔実施例6〕

（トナー粒子の調製）

樹脂微粒子分散液4 278重量部

着色剤粒子分散液 60重量部

離型剤粒子分散液 88重量部

ポリ塩化アルミニウム（10%水溶液） 3.2重量部

前記成分を丸型ステンレス製フラスコ中でホモジナイザー（I K A社製、ウルトラタラックスT50）で十分に混合・分散した後、加熱用オイルバスでフラスコを攪拌しながら52まで加熱し、52で60分間保持した後、樹脂微粒子分散液4を137重量部を追加して緩やかに攪拌した。

【0128】

その後、0.5モル/リットルの水酸化ナトリウム水溶液で系内のpHを6.5に調整した後、ステンレス製フラスコを密閉し、磁力シールを用いて攪拌を継続しながら95まで加熱して4時間保持した。反応終了後、冷却し、濾過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、ヌッチェ式吸引濾過で固液分離した。そして、40のイオン交換水3リットル中に再分散し、15分、300rpmで攪拌、洗浄した。

この洗浄操作を5回繰り返し、濾液のpHが6.56、電気伝導度7.1 μ S/cm、表面張力が71.0/kmolとなったところで、No5Aろ紙を用い、ヌッチェ式吸引濾過で固液分離し、次いで、真空乾燥を12時間継続してトナー粒子を得た。

【0129】

このトナー粒子の粒径をコールターカウンターで測定したところ、累積体積平均粒径D50が6.4 μ mであった。また、ルーゼックスによる形状観察より求めたトナー粒子の形状係数SF1は132であった。

【0130】

トナー粒子の重量平均分子量（Mw）は37,000、ガラス転移温度Tgは58.5であった。また、このトナー粒子の架橋剤濃度は0.7wt%、無機金属塩量は0.16wt%であり、Xは98であった。

【0131】

（現像剤の調製）

上記のトナー粒子50重量部に対し、疎水性シリカ（キャボット社製、TS720）1.2重量部を添加し、サンプルミルで混合して外添トナーを得た。そして、フェライトコア（パウダーテック社製にポリメチルメタアクリレート（綜研化学（株）製）を1%被覆した平均粒径50 μ mのフェライトキャリアを用い、トナー濃度が5%になるように前記の外添トナーを秤量し、両者をボールミルで5分間攪拌・混合して現像剤を調製した。

【0132】

（トナーの評価）

上記の現像剤を富士ゼロックス(株)製のDocuColor 1250の改造機に適用し、転写用紙として富士ゼロックス(株)製ST紙を使用し、トナー量を 0.60 g/m^2 に調整して画だしした後、外部定着機を用い、Nip 5.0mm下プロセススピードを 300 mm/s 、定着温度を 250 に調整してトナーの定着性を調べたところ、PFAチューブローラーによるオイルレス定着性は良好であり、転写用紙は何ら抵抗無く剥離されていることが確認された。また、定着温度を 150 に調整してトナーの定着性を調べたところ、定着画像を2つに折り曲げて爪で強くしごいた後再度被定着シートを開いたときの、定着画像の被定着シートへの定着性は良好であり、折り曲げ部に画像の欠損が観察されず、折り曲げ耐性が優れていることが分かった。

【0133】

10

このトナーの帯電性を測定したところ、 23 、 60% RH(通常環境)で $-35\text{ }\mu\text{C/g}$ 、 10 、 30% RH(冬場環境)で $-39\text{ }\mu\text{C/g}$ 、 28 、 85% RH(夏場環境)で $-29\text{ }\mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示し、環境依存性が優れていることが分かった。また、得られた画像は鮮明で、トナーの飛散、カブリ等の欠陥は全く観られなかった。

【0134】

〔実施例7〕

実施例6のトナー粒子の調整においてポリ塩化アルミニウム(PAC)3.2重量部を3.6重量部に変更したこと以外は実施例6と同様の方法でトナーを得た。

このトナー粒子の粒径をコールターカウンターで測定したところ、累積体積平均粒径 D_{50} が $6.1\text{ }\mu\text{m}$ であった。また、ルーゼックスによる形状観察より求めたトナー粒子の形状係数SF1は 129 であった。

20

【0135】

トナー粒子の重量平均分子量(Mw)は $36,000$ 、ガラス転移温度 T_g は 57.8 であった。また、このトナー粒子の架橋剤濃度は $0.7\text{ wt}\%$ 、無機金属塩量は $0.18\text{ wt}\%$ であり、Xは 115 であった。

【0136】

(現像剤の調製)

実施例7で作製したトナー粒子50重量部を用いた以外は、実施例6と同様にして現像剤を調製した。

【0137】

30

(トナーの評価)

実施例7で得られた現像剤を実施例6と同様にして評価した。

定着温度を 250 に調整してトナーの定着性を調べたところ、PFAチューブローラーによるオイルレス定着性は良好であり、転写用紙は何ら抵抗無く剥離されていることが確認された。また、定着温度を 150 に調整してトナーの定着性を調べたところ、定着画像を2つに折り曲げて爪で強くしごいた後再度被定着シートを開いたときの、定着画像の被定着シートへの定着性は良好であり、折り曲げ部に画像の欠損が観察されず、折り曲げ耐性が優れていることが分かった。

【0138】

このトナーの帯電性を測定したところ、 23 、 60% RH(通常環境)で $-32\text{ }\mu\text{C/g}$ 、 10 、 30% RH(冬場環境)で $-36\text{ }\mu\text{C/g}$ 、 28 、 85% RH(夏場環境)で $-29\text{ }\mu\text{C/g}$ と良好な帯電性を示し、環境依存性が優れていることが分かった。また、得られた画像は鮮明で、トナーの飛散、カブリ等の欠陥は全く観られなかった。

40

【0139】

〔実施例8〕

実施例7のトナー粒子の調整において樹脂微粒子分散液5に変更したこと以外は実施例7と同様の方法でトナーを得た。

このトナー粒子の粒径をコールターカウンターで測定したところ、累積体積平均粒径 D_{50} が $6.4\text{ }\mu\text{m}$ であった。また、ルーゼックスによる形状観察より求めたトナー粒子の形状係数SF1は 132 であった。

50

【0140】

トナー粒子の重量平均分子量 (Mw) は 41,000、ガラス転移温度 Tg は 58.0 であった。また、このトナー粒子の架橋剤濃度は 1.0 wt%、無機金属塩量は 0.18 wt% であり、X は 122 であった。

【0141】

(現像剤の調製)

実施例 8 で作製したトナー粒子 50 重量部を用いた以外は、実施例 6 と同様にして現像剤を調製した。

【0142】

(トナーの評価)

実施例 8 で得られた現像剤を実施例 6 と同様にして評価した。

定着温度を 250 に調整してトナーの定着性を調べたところ、PFA チューブローラーによるオイルレス定着性は良好であり、転写用紙は何ら抵抗無く剥離されていることが確認された。また、定着温度を 150 に調整してトナーの定着性を調べたところ、定着画像を 2 つに折り曲げて爪で強くしごいた後再度被定着シートを開いたときの、定着画像の被定着シートへの定着性は良好であり、折り曲げ部に画像の欠損が観察されず、折り曲げ耐性が優れていることが分かった。

【0143】

このトナーの帯電性を測定したところ、23、60% RH (通常環境) で $-32 \mu\text{C}/\text{g}$ 、10、30% RH (冬場環境) で $-36 \mu\text{C}/\text{g}$ 、28、85% RH (夏場環境) で $-29 \mu\text{C}/\text{g}$ と良好な帯電性を示し、環境依存性が優れていることが分かった。また、得られた画像は鮮明で、トナーの飛散、カブリ等の欠陥は全く観られなかった。

【0144】

[実施例 9]

実施例 7 のトナー粒子の調整において樹脂微粒子分散液 4 を樹脂微粒子分散液 6 に変更したこと以外は実施例 7 と同様の方法でトナーを得た。

このトナー粒子の粒径をコールターカウンターで測定したところ、累積体積平均粒径 D50 が $6.8 \mu\text{m}$ であった。また、ルーゼックスによる形状観察より求めたトナー粒子の形状係数 SF1 は 138 であった。

【0145】

トナー粒子の重量平均分子量 (Mw) は 43,000、ガラス転移温度 Tg は 57.2 であった。また、このトナー粒子の架橋剤濃度は 3.0 wt%、無機金属塩量は 0.16 wt% であり、X は 151 であった。

【0146】

(現像剤の調製)

実施例 9 で作製したトナー粒子 50 重量部を用いた以外は、実施例 6 と同様にして現像剤を調製した。

【0147】

(トナーの評価)

実施例 9 で得られた現像剤を実施例 6 と同様にして評価した。

定着温度を 250 に調整してトナーの定着性を調べたところ、PFA チューブローラーによるオイルレス定着性は良好であり、転写用紙は何ら抵抗無く剥離されていることが確認された。また、定着温度を 150 に調整してトナーの定着性を調べたところ、定着画像を 2 つに折り曲げて爪で強くしごいた後再度被定着シートを開いたときの、定着画像の被定着シートへの定着性は良好であり、折り曲げ部に画像の欠損が観察されず、折り曲げ耐性が優れていることが分かった。

【0148】

このトナーの帯電性を測定したところ、23、60% RH (通常環境) で $-34 \mu\text{C}/\text{g}$ 、10、30% RH (冬場環境) で $-37 \mu\text{C}/\text{g}$ 、28、85% RH (夏場環境) で $-30 \mu\text{C}/\text{g}$ と良好な帯電性を示し、環境依存性が優れていることが分かった。

10

20

30

40

50

また、得られた画像は鮮明で、トナーの飛散、カブリ等の欠陥は全く観られなかった。

【0149】

〔実施例10〕

実施例6のトナー粒子の調整において樹脂微粒子分散液4を樹脂微粒子分散液7に変更したこと以外は実施例6と同様の方法でトナーを得た。

このトナー粒子の粒径をコールターカウンターで測定したところ、累積体積平均粒径D50が6.8 μ mであった。また、ルーゼックスによる形状観察より求めたトナー粒子の形状係数SF1は132であった。

【0150】

トナー粒子の重量平均分子量(Mw)は31,000、ガラス転移温度Tgは57.8であった。また、このトナー粒子の架橋剤濃度は1.0wt%、無機金属塩量は0.16wt%であり、Xは105であった。

【0151】

(現像剤の調製)

実施例10で作製したトナー粒子50重量部を用いた以外は、実施例6と同様にして現像剤を調製した。

【0152】

(トナーの評価)

実施例10で得られたトナーを実施例6と同様にして評価した。

定着温度を250に調整してトナーの定着性を調べたところ、PFAチューブローラーによるオイルレス定着性は良好であり、転写用紙は何ら抵抗無く剥離されていることが確認された。また、定着温度を150に調整してトナーの定着性を調べたところ、定着画像を2つに折り曲げて爪で強くしごいた後再度被定着シートを開いたときの、定着画像の被定着シートへの定着性は良好であり、折り曲げ部に画像の欠損が観察されず、折り曲げ耐性が優れていることが分かった。

【0153】

このトナーの帯電性を測定したところ、23、60%RH(通常環境)で-38 μ C/g、10、30%RH(冬場環境)で-42 μ C/g、28、85%RH(夏場環境)で-31 μ C/gと良好な帯電性を示し、環境依存性が優れていることが分かった。また、得られた画像は鮮明で、トナーの飛散、カブリ等の欠陥は全く観られなかった。

【0154】

〔比較例5〕

実施例6のトナー粒子の調整において樹脂微粒子分散液4を樹脂微粒子分散液8に変更し、PAC量3.2重量部を2.8重量部に変更したこと以外は実施例1と同様の方法でトナーを得た。

このトナー粒子の粒径をコールターカウンターで測定したところ、累積体積平均粒径D50が6.5 μ mであった。また、ルーゼックスによる形状観察より求めたトナー粒子の形状係数SF1は135であった。

【0155】

トナー粒子の重量平均分子量(Mw)は33,000、ガラス転移温度Tgは57.9であった。また、このトナー粒子の架橋剤濃度は0.35wt%、無機金属塩量は0.14wt%であり、Xは72であった。

【0156】

(現像剤の調製)

比較例5で作製したトナー粒子50重量部を用いた以外は、実施例6と同様にして現像剤を調製した。

【0157】

(トナーの評価)

比較例5で得られた現像剤を実施例6と同様にして評価した。

定着温度を250に調整してトナーの定着性を調べたところ、PFAチューブローラー

ーによるオイルレス定着性でHotオフセットが観測された。また、定着温度を150に調整してトナーの定着性を調べたところ、定着画像を2つに折り曲げて爪で強くしごいた後再度被定着シートを開いたときの、定着画像の被定着シートへの定着性は良好であり、折り曲げ部に画像の欠損が観察されず、折り曲げ耐性が優れていることが分かった。

【0158】

このトナーの帯電性を測定したところ、23、60%RH(通常環境)で $-38\mu\text{C}/\text{g}$ 、10、30%RH(冬場環境)で $-42\mu\text{C}/\text{g}$ 、28、85%RH(夏場環境)で $-31\mu\text{C}/\text{g}$ と良好な帯電性を示し、環境依存性が優れていることが分かった。また、得られた画像は鮮明で、トナーの飛散、カブリ等の欠陥は全く観られなかった。

【0159】

〔比較例6〕

比較例5のトナー粒子の調整においてPAC量2.8重量部を3.2重量部に変更したこと以外は比較例5と同様の方法でトナーを得た。

このトナー粒子の粒径をコールターカウンターで測定したところ、累積体積平均粒径D50が $6.3\mu\text{m}$ であった。また、ルーゼックスによる形状観察より求めたトナー粒子の形状係数SF1は129であった。

【0160】

トナー粒子の重量平均分子量(Mw)は32,000、ガラス転移温度Tgは 58.2 であった。また、このトナー粒子の架橋剤濃度は0.35wt%、無機金属塩量は0.16wt%であり、Xは90であった。

【0161】

(現像剤の調製)

比較例6で作製したトナー粒子50重量部を用いた以外は、実施例6と同様にして現像剤を調製した。

【0162】

(トナーの評価)

比較例6で得られた現像剤を実施例6と同様にして評価した。

定着温度を250に調整してトナーの定着性を調べたところ、PFAチューブローラーによるオイルレス定着性でHotオフセットが観測された。また、定着温度を150に調整してトナーの定着性を調べたところ、定着画像を2つに折り曲げて爪で強くしごいた後再度被定着シートを開いたときの、定着画像の被定着シートへの定着性は良好であり、折り曲げ部に画像の欠損が観察されず、折り曲げ耐性が優れていることが分かった。

【0163】

このトナーの帯電性を測定したところ、23、60%RH(通常環境)で $-38\mu\text{C}/\text{g}$ 、10、30%RH(冬場環境)で $-42\mu\text{C}/\text{g}$ 、28、85%RH(夏場環境)で $-31\mu\text{C}/\text{g}$ と良好な帯電性を示し、環境依存性が優れていることが分かった。また、得られた画像は鮮明で、トナーの飛散、カブリ等の欠陥は全く観られなかった。

【0164】

〔比較例7〕

実施例6のトナー粒子の調整において樹脂微粒子分散液4を樹脂微粒子分散液9に変更し、PAC量3.2重量部を2.8重量部に変更したこと以外は実施例1と同様の方法でトナーを得た。

このトナー粒子の粒径をコールターカウンターで測定したところ、累積体積平均粒径D50が $6.3\mu\text{m}$ であった。また、ルーゼックスによる形状観察より求めたトナー粒子の形状係数SF1は131であった。

【0165】

トナー粒子の重量平均分子量(Mw)は40,000、ガラス転移温度Tgは 59.2 であった。また、このトナー粒子の架橋剤濃度は0.35wt%、無機金属塩量は0.14wt%であり、Xは72であった。

【0166】

10

20

30

40

50

(現像剤の調製)

比較例7で作製したトナー粒子50重量部を用いた以外は、実施例6と同様にして現像剤を調製した。

【0167】

(トナーの評価)

比較例7で得られた現像剤を実施例6と同様にして評価した。

定着温度を250に調整してトナーの定着性を調べたところ、PFAチューブローラーによるオイルレス定着性でHotオフセットが観測された。また、定着温度を150に調整してトナーの定着性を調べたところ、定着画像を2つに折り曲げて爪で強くしごいた後再度被定着シートを開いたときの、定着画像の被定着シートへの定着性は良好であり、折り曲げ部に画像の欠損が観察されず、折り曲げ耐性が優れていることが分かった。

10

【0168】

このトナーの帯電性を測定したところ、23、60%RH(通常環境)で $-38\mu\text{C}/\text{g}$ 、10、30%RH(冬場環境)で $-42\mu\text{C}/\text{g}$ 、28、85%RH(夏場環境)で $-31\mu\text{C}/\text{g}$ と良好な帯電性を示し、環境依存性が優れていることが分かった。また、得られた画像は鮮明で、トナーの飛散、カブリ等の欠陥は全く観られなかった。

【0169】

以上の実施例6~10、比較例5~7により得られたトナーの測定結果及び現像剤の評価結果を表2にまとめて示す。

【0170】

20

【表2】

	実施例 6	実施例 7	実施例 8	実施例 9	実施例 10	比較例 5	比較例 6	比較例 7
Mw	37000	36000	41000	43000	31000	33000	32000	40000
T _g (°C)	58.5	57.8	58.0	57.2	57.8	57.9	58.2	59.2
架橋剤量 (wt%)	0.7	0.7	1.0	3.0	1.0	0.35	0.35	0.35
無機金属塩量 (wt%)	0.16	0.18	0.18	0.16	0.16	0.14	0.16	0.14
X	98	115	122	151	105	72	90	72
定着性(250°C)	○	○	○	○	○	×	×	×
定着性(150°C)	○	○	○	○	○	○	○	○
総合	○	○	○	○	○	×	×	×

30

フロントページの続き

(72)発明者 松本 晃

神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内

(72)発明者 中沢 博

神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内

Fターム(参考) 2H005 AA06 AB03 BA02 BA06 CA14 CB04 CB08 EA03 EA05