(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3697284号
(P3697284)
(45)発行日　平成17年9月21日(2005.9.21)　(24)登録日　平成17年7月8日(2005.7.8)

(51)Int.Cl.[7]　F I
G03G 9/08　G03G 9/08 374
G03G 9/09　G03G 9/08 361

請求項の数 3　(全 10 頁)

(21)出願番号　特願平7-25439
(22)出願日　平成7年2月14日(1995.2.14)
(65)公開番号　特開平8-220796
(43)公開日　平成8年8月30日(1996.8.30)
審査請求日　平成12年2月3日(2000.2.3)
審判番号　不服2001-20615(P2001-20615/J1)
審判請求日　平成13年11月19日(2001.11.19)

(73)特許権者　303000372
コニカミノルタビジネステクノロジーズ株式会社
東京都千代田区丸の内一丁目６番１号
(74)代理人　100062144
弁理士　青山　葆
(74)代理人　100103115
弁理士　北原　康廣
(72)発明者　城戸　謙一
大阪府大阪市中央区安土町二丁目３番１３号大阪国際ビル　ミノルタ株式会社内
(72)発明者　黒瀬　克宣
大阪府大阪市中央区安土町二丁目３番１３号大阪国際ビル　ミノルタ株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】静電荷像現像用フルカラートナー

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
少なくとも着色剤と結着樹脂で構成されるフルカラートナーに、平均粒径５～40nmの薄片状の酸化チタン微粒子を外添したことを特徴とする静電荷像現像用フルカラートナー。
【請求項２】
前記酸化チタン微粒子の平均粒径が５～30nmであり、この酸化チタン微粒子が疎水化処理されていることを特徴とする請求項１記載の静電荷像現像用フルカラートナー。
【請求項３】
前記結着樹脂の数平均分子量が3000～10000、重量平均分子量が7000～50000、重量平均分子量／数平均分子量が1.5～５、ガラス転移点が50～70℃および軟化温度が90～110℃であることを特徴とする請求項１または請求項２記載の静電荷像現像用フルカラートナー。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【産業上の利用分野】
本発明は電子写真、静電記録、静電印刷等における静電荷像を現像するための静電荷像現像用フルカラートナーに関する。
【０００２】
【従来の技術】
静電手段によって光導電材料の表面に静電潜像を形成し、その静電潜像を現像する方法においては、用いられる現像剤の保存性（耐ブロッキング性）、搬送性、現像性、転写性、

帯電性、定着性等の特性が重要である。フルカラートナーは透光性等が要求されるためトナー結着樹脂として一般にポリエステル系の樹脂が使用されている。ポリエステル系樹脂はその主鎖にエステル基、さらには水酸基、カルボキシル基を有するため湿度の影響を受けやすく耐久性に乏しい。そのためポリエステル系樹脂で構成されるトナーは本質的に環境安定性が悪く、特に湿度の高低により帯電量が大きく変化する。

【０００３】

またフルカラートナーは現像効率を向上させるため良好な流動特性が必要とされるため、流動化剤が多量に外添されている。

【０００４】

特開昭６２－１１３１５８号公報には疎水性シリカ微粉末を、特開昭６４－６２６６７号公報には酸化チタン微粉末を、特開平３－４５９７８号公報にはフッ素樹脂微粉末を現像剤に添加するという技術が提案されている。特開平６－２０８２４１号公報には通常の球状あるいは不定形と違い、針状形状の酸化チタンを使用する技術が提案されている。

【０００５】

従来の疎水性シリカの添加系では、シリカ微粒子自体が強い負帯電性を示すために低温低湿下でのトナーの帯電上昇が問題となる。近年の高精彩、高画質化の要求が市場で高まるにつれてトナーの小径化への対応が不可欠である。粒径が細かくなると単位重量当たりの表面積の増加、さらに帯電量の上昇がおこり、そのため画像濃度低下や耐久劣化が懸念されることとなる。

【０００６】

酸化チタン微粒子の場合、本来表面活性がシリカ等に比較して小さく疎水化は必ずしも十分ではなく環境変動によりトナーの流動性が大きく変化するため、安定した帯電性、搬送性、現像性を得られなくなり画像の劣化を招くという問題がある。疎水化処理剤を多量に使用したり、高粘性の処理剤等を使用して、疎水化率を無理に上げることも可能であるが、粒子同士の凝集等を生じ、かえって流動性付与能が低下する等の問題がある。

【０００７】

フルカラー現像は赤、青、黄色の複数のカラートナーを重ね現像することにより得られるため、各色のトナーが環境の影響を受けずに常に所定の値に帯電されることが必要であり、環境安定特性が特に厳しく要求される。このような要求には上記した従来の添加剤では応えることはできない。

【０００８】

疎水化チタンだけでなく、疎水化シリカおよび樹脂微粒子を含め、それらの添加剤のトナーへの添加は、トナー粒子と添加剤の静電力あるいはファンデルワールス力によりトナー粒子表面に付着せしめるのが一般的であり、撹拌、混合機等が多く用いられている。

【０００９】

しかしながら、このような従来知られている添加剤はトナー表面に均一に分散させることは容易ではないばかりか、トナー表面に未付着の添加剤同士が凝集する。その凝集物が遊離するのを防ぐことは困難であり、そのためトナーの摩擦帯電量が不安定となり、画像濃度が一定せず、カブリの多い画像となったり、連続コピー後の画質が不良になるなどの問題を有していた。また凝集物の離脱によるキャリアスペント等も生じる。針状形状の酸化チタンを使用することによりトナーへの付着性はある程度改善できるものの、トナーへの接触面の面積が小さく、やはり上述した問題を有する。

【００１０】

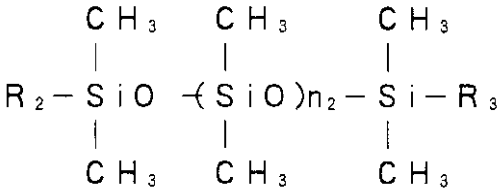
【発明が解決しようとする課題】

本発明は上記した事情に鑑みなされたものであり、温度あるいは環境の変化に影響されにくく、常に安定した帯電性、現像性等の特性を有する静電荷像現像用フルカラートナーを提供することにある。

【００１１】

本発明はさらにキャリアスペントなどを防止し、カブリのない鮮明な画像特性を有し、かつ耐久安定性に優れた静電荷像現像用フルカラートナーを提供することを目的とする。

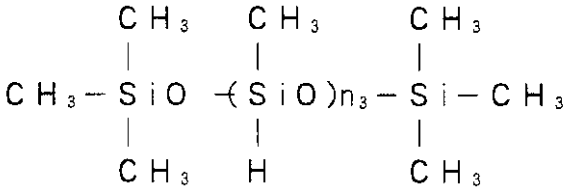
【００１２】
【課題を解決するための手段】
すなわち本発明は少なくとも着色剤と結着樹脂で構成されるトナーに、平均粒径５～40nmの薄片状の酸化チタン微粒子を外添したことを特徴とする静電荷像現像用フルカラートナーに関する。
【００１３】
本発明のトナーに添加する酸化チタン（チタニア）は薄片状、別の表現をすれば偏平状であり、その特異的な形状により、トナーへの付着性、分散性が従来の微粒子と比較して極めて良好で、トナーに付着した微粒子が非常に離脱しにくい。そのためキャリアのスペントが防止され、安定した帯電を得られ、耐久性能が向上する。
【００１４】
また良好な分散性のためトナーの表面改質効果が大きく、流動性向上および帯電の環境安定性にも良好な結果を与える。
【００１５】
本発明に使用する酸化チタンは湿式法で製造可能であり、平均粒径５～４０ｎｍ、好ましくは５～３０ｎｍを有し、好ましくは微粒子表面を水系中で疎水化処理したもの、またはさらにその後気相中で疎水化処理したものを用いることが望ましい。なお酸化チタンの平均粒径は電子顕微鏡写真による酸化チタン粒子の長径の平均値を示している。
【００１６】
水系中での疎水化処理においては、チタン微粒子を一次粒子に分散させるために、機械的な力を加えているので、クロロシラン類や、ジシラザン類のようにガスを副生するような反応性に優れたカップリング剤を使用する必要もなく、気相中では酸化チタン粒子同志が合一して使用できない高粘性の処理剤も使用できる。
【００１７】
したがって処理剤としては、カップリング剤、オイル、ワニス、有機化合物等あらゆるものが使用できる。
【００１８】
好ましく使用されるカップリング剤としてはシランカップリング剤、チタンカップリング剤等が挙げられ、特に好ましく用いられるのは、シランカップリング剤であり、一般式：$R_1m_1SiY_1n_1$［式中、R_1はアルコキシ基、m_1は１～３の整数、Y_1はアルキル基、ビニル基、グリシドキシ基、メタクリル基を含む炭化水素基、n_1は１～３の整数］で表されるものであり、例えば、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。
【００１９】
その使用量は、チタン微粒子１００重量部に対して、１～４０重量部好ましくは３～３０重量部である。
【００２０】
本発明に用いられる、シリコンオイルとしては、特に制約はないが一般式
【化１】



［式中、R_2、R_3はCH_3またはOH］

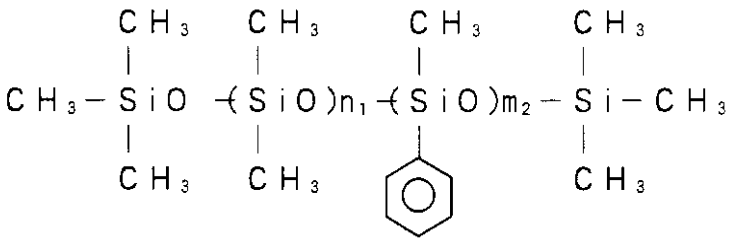
で表されるジメチルポリシロキサンタイプ、一般式

【化２】



で表されるメチルハイドロジエンポリシロキサンタイプ、一般式

【化３】



で表されるメチルフェニルポリシロキサンタイプ等が使用できる。さらに必要に応じて、アルキル変性、アミノ変性、エポキシ変性、エポキシ・ポリエーテル変性、カルボキシル変性、メルカプト変性、アルコール変性、フッ素変性等を行ってもよい。

【００２１】

本発明において水系中で処理したチタンを気相中で処理するのに用いられるシランカップリング剤は一般式$R_4m_3SiY_2n_5$［式中、R_4はアルコキシ基又は、塩素原子、m_3は１～３の整数、Y_2はアルキル基、ビニル基、グリシドキシ基、メタクリル基を含む炭化水素基、n_5は３～１の整数］で表されるもので、例えば代表的にはジメチルジクロルシラン、トリメチルクロルシラン、アルリジメチルクロルシラン、ヘキサメチルジシラザン、アリルフェニルジクロルシラン、ベンジルジメチルクロルシラン、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、ジビニルクロルシラン、ジメチルビニルクロルシラン等を挙げることができる。

【００２２】

上記微粉体のシランカップリング剤処理は、微粉体を撹拌等によりクラウド状としたものに気化したシランカップリング剤を反応させる乾式処理を採用することができる。

【００２３】

通常、フルカラートナーはバインダー樹脂中に、シアン、マゼンタあるいはイエロー等の着色剤、その他所望の流動化剤が分散してなる粒子として調製される。本発明においては流動化剤として上記した薄片状チタニアを使用する。

【００２４】

通常フルカラートナーのバインダーとして使用する樹脂は、エポキシ系樹脂あるいはポリエステル系樹脂であり、その中でも負帯電性が強く定着性に優れるポリエステル系樹脂が

好ましい。特に、シャープな溶融特性を有するものが好ましく、ビスフェノール誘導体もしくは置換体をジオール成分とし、２価以上のカルボン酸又はその酸無水物又はその低級アルキルエステルとからなる、フマル酸、マレイン酸、無水マレイン酸、フタル酸、テレフタル酸、トリメリット酸などのカルボン酸成分とを共縮重合したポリエステル樹脂が最適である。

【００２５】

さらに好ましくは、ゲルパーミエーションクロマトグラフィ(ＧＰＣ)による分子量分布測定で数平均分子量(Mn)が３０００～１００００、好ましくは３０００～７０００、重量平均分子量(Mw)が７０００～５００００、好ましくは７０００～１５０００、分子量分布(Mw／Mn)が１．５～５．０、好ましくは２．０～４．０、ＤＳＣによる吸熱ピーク値(Tg)が５０～７０℃、フローテスターによる軟化温度(Tm)が９０～１１０℃である線状ポリエステル樹脂が好ましい。これらの諸特性を満足しない場合には、トナーの透光性、着色剤や荷電制御剤等の分散性、定着性および耐熱性を十分に満足させることができなくなる。具体的には、分子量分布を上記範囲とすることにより、定着時にトナーのシャープメルト特性を向上させることができ透光性を向上させることができる。また、ガラス転移点および軟化点を上記範囲とすることによりトナーに十分な耐熱性および定着性を付与することができる。

【００２６】

また、ポリエステル樹脂は、テトラヒドロフラン不溶成分を実質含有しておらず、テトラヒドロフランに溶解するものである。テトラヒドロフラン不溶成分を含有していると、トナーの透光性を阻害する原因となるため好ましくない。

【００２７】

本発明のトナーは従来から知られている方法、例えば上記結着樹脂、着色剤に加え、荷電制御剤およびその他の所望の添加剤を所定量添加して混合、混練したあと、粉砕、分級することにより平均粒径６～１０μｍの粒子として得られる。

【００２８】

着色剤としてはフルカラートナー用着色剤として知られる各種着色剤を使用可能である。例えば青色染顔料として: Ｃ．Ｉ．７４１００(無金属フタロシアニンブルー)、Ｃ．Ｉ．７４１６０(フタロシアニンブルー)、Ｃ．Ｉ．７４１８０(ファストスカイブルー)等;
赤色染顔料として: Ｃ．Ｉ．１２０５５(スターリンＩ)、Ｃ．Ｉ．１２０７５(パーマネントオレンジ)、Ｃ．Ｉ．１２１７５(リソールファストオレンジ３ＧＬ)、Ｃ．Ｉ．１２３０５(パーマネントオレンジＧＴＲ)、Ｃ．Ｉ．１１７２５(ハンザイエロー３Ｒ)、Ｃ．Ｉ．２１１６５(バルカンファストオレンジＧＧ)、Ｃ．Ｉ．２１１１０(ベンジジンオレンジＧ)、Ｃ．Ｉ．１２１２０(パーマネントレッド４Ｒ)、Ｃ．Ｉ．１２７０(パラレッド)、Ｃ．Ｉ．１２０８５(ファイヤーレッド)、Ｃ．Ｉ．１２３１５(ブリリアントファストスカーレット)、Ｃ．Ｉ．１２３１０(パーマネントレッドＦ２Ｒ)、Ｃ．Ｉ．１２３３５(パーマネントレッドＦ４Ｒ)、Ｃ．Ｉ．１２４４０(パーマネントエントレッドＦＲＬ)、Ｃ．Ｉ．１２４６０(パーマネントレッドＦＲＬＬ)、Ｃ．Ｉ．１２４２０(パーマネントレッドＦ４ＲＨ)、Ｃ．Ｉ．１２４５０(ライトファストレッドトーナーＢ)、Ｃ．Ｉ．１２４９０(パーマネントカーミンＦＢ)、Ｃ．Ｉ．１５８５０(ブリリアントカーミン６Ｂ)等;
黄色染顔料として: Ｃ．Ｉ．１０３１６(ナフトールイエローＳ)、Ｃ．Ｉ．１１７１０(ハンザイエロー１０Ｇ)、Ｃ．Ｉ．１１６６０(ハンザイエロー５Ｇ)、Ｃ．Ｉ．１１６７０(ハンザイエロー３Ｇ)、Ｃ．Ｉ．１１６８０(ハンザイエローＧ)、Ｃ．Ｉ．１１７３０(ハンザイエローＧＲ)、Ｃ．Ｉ．１１７３５(ハンザイエローＡ)、Ｃ．Ｉ．１１７４０(ハンザイエローＲＮ)、Ｃ．Ｉ．１２７１０(ハンザイエローＲ)、Ｃ．Ｉ．１２７２０(ピグメントイエローＬ)、Ｃ．Ｉ．２１０９０(ベンジジンイエロー)、Ｃ．Ｉ．２１０９５(ベンジジンイエローＧ)、Ｃ．Ｉ．２１１００(ベンジジンイエローＧＲ)、Ｃ．Ｉ．２００４０(パーマネントイエローＮＣＧ)、Ｃ．Ｉ．２１２２０(バルカンファストイエロー５)、Ｃ．Ｉ．２１１３５(バルカンファストイエローＲ)などを代表的なものとして例示

できる。

【００２９】

これら着色剤は単独あるいは複数組み合わせて用いることができるが、トナー粒子中に含まれる結着樹脂１００重量部に対して、１～１０重量部、より好ましくは２～５重量部使用することが望ましい。すなわち、１０重量部より多いとトナーの定着性および透光性が低下し、一方、１重量部より少ないと所望の画像濃度が得られないおそれがある。

【００３０】

荷電制御剤としては例えば、Ｅ－８１(オリエント化学工業社製)などのクロム錯塩、Ｅ－８４(オリエント化学工業社製)などの亜鉛錯塩、Ｅ－８６(オリエント化学工業社製)などのアルミニウム錯塩、Ｅ－８９(オリエント化学工業社製)などのカリックスアレン系化合物が使用できる。

これらの荷電制御剤の量はトナー中における樹脂１００重量部にたいして、０．１～１０重量部、好ましくは０．５～５重量部になるようにする。

【００３１】

本発明のトナーには、その他必要に応じて、シリカ等の流動化剤、樹脂ビーズ等のクリーニング助剤、転写性向上のための大径シリカ等を添加してもよい。

【００３２】

本発明においては上記結着樹脂、着色剤を混練り、粉砕そして分級して得られたトナー粒子に薄片状チタニアを混合し(外添)、トナーを得る。混合を行いうる方法としては、機械式粉砕混合方法等従来の方法、条件でよく、例えばヘンシェルミキサー、スーパーミキサー、パウダーミキサー、ホモジナイザー等の混合機を使用可能である。

【００３３】

薄片状チタニアは、通常トナーに対して０．５～２．０重量％、好ましくは０．５～１．５重量％添加混合される。添加量が少なすぎると、所望の流動性および環境性が得られず画像の劣化を招く。多すぎると、帯電量の低下を招きカブリ等の原因となる。

【００３４】

以上のようにして得られる薄片状チタニアを外添したトナーはキャリアとともに２成分現像剤として使用される。

【００３５】

キャリアとしては、樹脂被覆キャリアを使用するのが好ましい。

キャリア芯材としては、静電潜像担持体へのキャリア付着(飛散)防止の点から、少なくとも２０μｍ(平均粒径)の大きさのものを使用し、キャリアスジ等の発生防止等画質の低下防止の点から大きくとも１００μｍのものを使用する。具体的材料としては、電子写真用二成分キャリアとして公知のもの、例えばフェライト、マグネタイト、鉄、ニッケル、コバルト等の金属、これらの金属と亜鉛、アンチモン、アルミニウム、鉛、スズ、ビスマス、ベリリウム、マンガン、セレン、タングステン、ジルコニウム、バナジウム等の金属との合金あるいは混合物、酸化鉄、酸化チタン、酸化マグネシウム等の金属酸化物、窒化クロム、窒化バナジウム等の窒化物、炭化ケイ素、炭化タングステン等の炭化物との混合物および強磁性フェライト、ならびにこれらの混合物を適用することができる。

【００３６】

また、キャリア芯材の被覆樹脂(導電層、接着層、表面保護層)としては、例えば、ポリスチレン系樹脂、ポリ(メタ)アクリル系樹脂、ポリオレフィン系樹脂、ポリアミド系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、ポリエーテル系樹脂、ポリスルホン酸系樹脂、ポリエステル系樹脂、エポキシ系樹脂、ポリブチラール系樹脂、尿素系樹脂、ウレタン／ウレア系樹脂、シリコン系樹脂、テフロン系樹脂等の各種熱可塑性樹脂および熱硬化性樹脂およびその混合物、並びに、これらの樹脂の共重合体、ブロック重合体、グラフト重合体およびポリマーブレンド等が使用できる。

【００３７】

以下実施例を挙げてさらに説明するが、実施例中、「部」と表現されているのは特に断らなければ「重量部」をいうものとする。

【００３８】
【実施例】
トナーの製造例
・ポリエステル樹脂　１００部
（数平均分子量(Mn):5,000、 重量平均分子量(Mw):10,000、 Mw/Mn:2.0、 軟化点(Tm):105℃、 ガラス転移点:60℃、THF不溶成分:0%）
・帯電制御剤(ボントロンＥ－８４（オリエント化学工業社製））　１部
・ブリリアントカーミン６Ｂ　４部
【００３９】
上記混合物をヘンシェルミキサーにより十分混合し、２軸押出機を用いて溶融混練した。混練物を冷却後、粗粉砕した。粗粉砕物をエアージェット方式による粉砕機で微粉砕した。さらに得られた微粉砕物を気流式粉砕機により分級して、体積平均粒径（D_{50}）８．０μｍのトナー粒子を得た。
【００４０】
キャリアの製造例
スチレン、メチルメタクリレート、２－ヒドロキシエチルアクリレート、メタクリル酸からなるスチレン－アクリル系共重合体（１．５：７．０：１．０：０．５）８０重量部とブチル化メラミン樹脂２０重量部をトルエンで希釈し、固形比２％のスチレン－アクリル樹脂溶液を調合した。
【００４１】
芯材として焼成フェライト粉（Ｆ－３００、平均粒径：５０μｍ、パウダーテック社製）を用い、上記スチレン－アクリル樹脂溶液をスピラーコーター（岡田精工社製）により塗布し乾燥した。塗布されたフェライト粉を熱風循環式オーブン中に１４０℃で２時間放置して焼成した。
【００４２】
冷却後フェライト粉バルクを目開き２１０μｍと９０μｍのスクリーンメッシュを取り付けたフルイ震盪器を用いて解砕し、樹脂被覆フェライト粉を得た。
【００４３】
このフェライト粉に対し上記塗布、焼成、解砕をさらに３回繰り返し樹脂被覆キャリアを得た。得られたキャリアの平均粒径は５２μｍであった。
【００４４】
実施例１
上記トナーの製造例で得られた粒子１００部に対し疎水性の薄片状チタニア微粒子（粒径：０．０１５～０．０２μｍ、ＳＴＴ－３０Ａ；チタン工業社製）１．０部を添加しヘンシェルミキサーにて混合しトナーを得た。
【００４５】
得られたトナー５部に対して、キャリアの製造例で得られたキャリアを総量１００部になるように混合し現像剤とした。
【００４６】
得られた現像剤を用いて市販のフルカラー複写機（ＣＦ－８０；ミノルタ社製）にて画出しおよび下記各環境下５０００枚(５Ｋ枚)の耐久試験を行った。

耐久試験：N／N環境下（２５℃、４５％）　５K枚
L／L環境下（１０℃、１５％）　５K枚
H／H環境下（３０℃、８５％）　５K枚

【００４７】
各環境下、耐久後の画像は、カブリ、鮮明さ、画像濃度も初期と同等の良好なものが得られた。画出し、および耐久試験の結果を表１にまとめた。
【００４８】

表１中の各評価は以下のようにして行った。
・画像濃度
小数第３位を四捨五入して画像濃度（Ｉ．Ｄ．）値とした。
【００４９】
・カブリ
ミノルタ限界見本サンプルとを比較評価し以下のようにランク付した。
◎：ランク５（カブリ全くなし）。
○：ランク４（カブリほとんどなし）。
△：ランク３（カブリが若干認められるが実用上問題がない）。
×：ランク１～２（カブリが多く、実用上問題あり）。
【００５０】
・耐久特性
各環境下で測定後(５Ｋ後)、総合評価し以下のようにランク付けを行った。
◎：全く問題なし。
○：一部の特性に変化はあるものの実用上問題なし。
×：実用上問題がある。
【００５１】
ＯＨＰ透光性
ＯＨＰ透光性を目視観察し以下のようにランク付けを行った。
○：実用上問題がない。
【００５２】
実施例２
疎水性の薄片状チタニア微粒子（ＳＴＴ－３０Ａ；チタン工業社製）の添加量を０．６部とした以外実施例１におけると同様に現像剤を調製し試験した。結果を表１にまとめた。
【００５３】
実施例３
疎水性の薄片状チタニア微粒子（ＳＴＴ－３０Ａ；チタン工業社製）の添加量を１．５部とした以外実施例１におけると同様に現像剤を調製し試験した。結果を表１にまとめた。
【００５４】
比較例１
実施例１において薄片状チタニア微粒子にかえて疎水性の不定形粒状チタニア微粒子（Ｔ－８０５；デグサ社製）を１．０部添加した以外実施例１におけると同様に現像剤を調製し試験した。結果を表１にまとめた。
【００５５】
比較例２
実施例１において薄片状チタニア微粒子にかえて疎水性の不定形粒状チタニア微粒子（ＴＯ－５１Ｃ；石原産業社製）を１．０部添加した以外実施例１におけると同様に現像剤を調製し試験した。結果を表１にまとめた。
【００５６】
比較例３
実施例１において薄片状チタニア微粒子にかえて下記により得られた疎水性の球状チタニア微粒子を１．０部添加した以外実施例１におけると同様に現像剤を調製し試験した。結果を表１にまとめた。
【００５７】
球状チタニア微粒子の調製：
イルメナイト鉱を硫酸により溶解し、冷却した後、遠心分離した。遠心分離した原液を加熱加水分解し、得られた水酸化チタンを回転炉で焼成（３５０～４００℃）し、球状の親水性酸化チタン（粒径：０．０４～０．０５μｍ）を得た。
得られた酸化チタンを水系中で撹拌混合しながらカップリング剤（$n\text{-}C_5H_{11}Si(OCH_3)_3$）を酸化チタン微粒子に対し２０％となるように添加混合した。

混合物を乾燥、解砕して疎水化度５０％の酸化チタンを得た。

【００５８】

【表１】

表１．画像特性評価結果

	画像濃度(ＩＤ)			カブリ			耐久	ＯＨＰ透光性
	Ｎ／Ｎ	Ｌ／Ｌ	Ｈ／Ｈ	N/N	L/L	H/H		
実施例１	1.41～1.46	1.40～1.46	1.40～1.42	◎	◎	◎	◎	○
2	1.40～1.44	1.38～1.44	1.40～1.44	◎	○	○	○	○
3	1.40～1.46	1.40～1.46	1.30～1.41	○	○	△	○	○
比較例１	1.30～1.45	1.12～1.40	1.10～1.38	△	×	×	×	○
2	1.30～1.45	1.15～1.38	1.10～1.40	△	×	×	×	○
3	1.38～1.44	1.27～1.44	1.10～1.35	△	△	×	×	○

【００５９】

【発明の効果】

本発明に従い薄片状の微粒子を添加したフルカラートナーは環境変動に対し極めて安定で、耐久性にも優れ、長期にわたって安定した高画質の画像を提供することが可能である。

フロントページの続き

(72)発明者 新井 健
大阪府大阪市中央区安土町二丁目３番１３号大阪国際ビル ミノルタ株式会社内
(72)発明者 葉木 雅之
大阪府大阪市中央区安土町二丁目３番１３号大阪国際ビル ミノルタ株式会社内

合議体
審判長 山口 由木
審判官 阿久津 弘
審判官 伏見 隆夫

(56)参考文献 特開平６－２０８２４１（ＪＰ，Ａ）
特開平５－１１９５１５（ＪＰ，Ａ）
特開昭６１－２９５２０８（ＪＰ，Ａ）
特開平７－３６２１７（ＪＰ，Ａ）
特開平６－１９２０４（ＪＰ，Ａ）
特開平６－１１８７１５（ＪＰ，Ａ）
特開平６－１７５３９４（ＪＰ，Ａ）
特開平５－１０７８０５（ＪＰ，Ａ）
特開平５－２２４４６１（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.^{7}，ＤＢ名)
G03G9/08
C01G23/04