

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6812995号
(P6812995)

(45) 発行日 令和3年1月13日(2021.1.13)

(24) 登録日 令和2年12月21日(2020.12.21)

(51) Int. Cl. F 1
G03G 9/097 (2006.01) G03G 9/097 371
G03G 9/08 (2006.01) G03G 9/097 375
 G03G 9/08

請求項の数 5 (全 18 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2018-25719 (P2018-25719) (22) 出願日 平成30年2月16日 (2018.2.16) (65) 公開番号 特開2019-144288 (P2019-144288A) (43) 公開日 令和1年8月29日 (2019.8.29) 審査請求日 令和2年1月22日 (2020.1.22)</p>	<p>(73) 特許権者 000006150 京セラドキュメントソリューションズ株式会社 大阪府大阪市中央区玉造1丁目2番28号 (74) 代理人 100168583 弁理士 前井 宏之 (72) 発明者 小林 亮太 大阪府大阪市中央区玉造1丁目2番28号 京セラドキュメントソリューションズ株式会社内 審査官 野田 定文</p>
--	---

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 正帯電性トナー

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

トナー粒子を含む正帯電性トナーであって、
 前記トナー粒子は、トナー母粒子と、前記トナー母粒子の表面に付着した外添剤とを備え、

前記外添剤は、シリカ基体と、前記シリカ基体を覆うコート層とを備える外添剤粒子を含み、

前記コート層は、ランタン原子を含み、

前記コート層の表面は、疎水化処理されている、正帯電性トナー。

【請求項2】

前記ランタン原子の含有量は、前記外添剤粒子の質量に対してLa₂O₃換算で10質量%以上30質量%以下である、請求項1に記載の正帯電性トナー。

【請求項3】

前記コート層の表面は、炭素原子数4以上12以下の直鎖アルキル基を有する、請求項1又は2に記載の正帯電性トナー。

【請求項4】

前記コート層の表面は、アミノ基を更に有する、請求項3に記載の正帯電性トナー。

【請求項5】

前記外添剤粒子の個数平均一次粒子径は、15nm以上30nm以下である、請求項1~4の何れか一項に記載の正帯電性トナー。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、正帯電性トナーに関する。

【背景技術】

【0002】

トナー母粒子と、トナー母粒子の表面に付着した外添剤とを備えるトナー粒子を含む正帯電性トナーが知られている。例えば、特許文献1に記載の正帯電性トナーでは、アミノシラン等で表面処理されたシリカ粒子を含む外添剤が使用されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献1】特開2010-198004号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかしながら、特許文献1に開示される技術だけでは、連続印刷時におけるかぶりの発生を抑制しつつ、高温高湿環境下において正帯電性を良好に維持できる正帯電性トナーを得ることは難しい。高温高湿環境下において正帯電性トナーの正帯電性が弱くなると、高温高湿環境下において高画質の画像を形成することが困難になる場合がある。

【0005】

本発明は、上記課題に鑑みてなされたものであり、その目的は、連続印刷時におけるかぶりの発生を抑制しつつ、高温高湿環境下において正帯電性を良好に維持できる正帯電性トナーを提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明に係る正帯電性トナーは、トナー粒子を含む。前記トナー粒子は、トナー母粒子と、前記トナー母粒子の表面に付着した外添剤とを備える。前記外添剤は、シリカ基体と、前記シリカ基体を覆うコート層とを備える外添剤粒子を含む。前記コート層は、ランタン原子を含む。前記コート層の表面は、疎水化処理されている。

【発明の効果】

【0007】

本発明に係る正帯電性トナーによれば、連続印刷時におけるかぶりの発生を抑制しつつ、高温高湿環境下において正帯電性を良好に維持できる。

【図面の簡単な説明】

【0008】

【図1】本発明に係るトナーに含まれるトナー粒子の断面構造の一例を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0009】

以下、本発明の好適な実施形態について説明する。なお、トナーは、トナー粒子の集合体（例えば粉体）である。外添剤は、外添剤粒子の集合体（例えば粉体）である。粉体（より具体的には、外添剤粒子の粉体等）に関する評価結果（形状、物性等を示す値）は、何ら規定していなければ、粉体から平均的な粒子を相当数選び取って、それら平均的な粒子の各々について測定した値の個数平均である。

【0010】

粉体の体積中位径（ D_{50} ）の測定値は、何ら規定していなければ、レーザー回折/散乱式粒度分布測定装置（株式会社堀場製作所製「LA-950」）を用いて測定されたメディアン径である。粉体の個数平均一次粒子径は、何ら規定していなければ、走査型電子顕微鏡を用いて測定した、100個の一次粒子の円相当径（ヘイウッド径：一次粒子の投影面積と同じ面積を有する円の直径）の個数平均値である。

10

20

30

40

50

【0011】

帯電性は、何ら規定していなければ、摩擦帯電における帯電性を意味する。摩擦帯電における正帯電性の強さ（又は負帯電性の強さ）は、周知の帯電列などで確認できる。例えばトナーは、日本画像学会から提供される標準キャリア（負帯電性トナー用標準キャリア：N-01、正帯電性トナー用標準キャリア：P-01）と混ぜて攪拌することで、測定対象を摩擦帯電させる。摩擦帯電させる前と後とでそれぞれ、例えばKFM（ケルビンプローブフォース顕微鏡）で測定対象の表面電位を測定し、摩擦帯電の前後での電位の変化が大きい測定対象ほど帯電性が強いことを示す。

【0012】

材料の「主成分」は、何ら規定していなければ、質量基準で、その材料に最も多く含まれる成分を意味する。

10

【0013】

以下、化合物名の後に「系」を付けて、化合物及びその誘導体を包括的に総称する場合がある。化合物名の後に「系」を付けて重合体名を表す場合には、重合体の繰返し単位が化合物又はその誘導体に由来することを意味する。酸化ランタンは、組成式が La_2O_3 である酸化ランタン（III）を指す。

【0014】

<正帯電性トナー>

本実施形態に係る正帯電性トナー（以下、単にトナーと記載することがある。）は、例えば、静電潜像の現像に好適に用いることができる。本実施形態に係るトナーは、トナー粒子（それぞれ後述する構成を有する粒子）を含有する集合体（例えば粉体）である。トナーは、1成分現像剤として使用してもよい。また、混合装置（例えば、ボールミル）を用いてトナーとキャリアとを混合して2成分現像剤として使用してもよい。

20

【0015】

本実施形態に係るトナーに含まれるトナー粒子は、トナー母粒子と、トナー母粒子の表面に付着した外添剤とを備える。外添剤は、シリカ基体と、シリカ基体を覆うコート層とを備える外添剤粒子を含む。コート層は、ランタン原子を含む。コート層の表面は、疎水処理されている。

【0016】

本実施形態に係るトナーは、上述の構成を備えることにより、連続印刷時におけるかぶりの発生を抑制しつつ、高温高湿環境下において正帯電性を良好に維持できる。その理由は、以下のように推測される。

30

【0017】

本実施形態に係るトナーに含まれるトナー粒子は、シリカ基体と、シリカ基体を覆うコート層とを備える外添剤粒子を含む。そして、外添剤粒子のコート層は、ランタン原子を含む。ランタン原子を含むコート層は、正帯電性を示し、かつ硬度が比較的高い。これにより、連続印刷時において、コート層の摩耗を抑制しつつ、トナー粒子の正帯電性を良好に維持できると考えられる。従って、本実施形態に係るトナーによれば、連続印刷時におけるかぶりの発生を抑制できる。また、外添剤粒子が、シリカ基体を含み、かつシリカ基体を覆うコート層の表面が疎水処理されているため、高温高湿環境下において、帯電量を維持できると考えられる。従って、本実施形態に係るトナーによれば、高温高湿環境下において正帯電性を良好に維持できる。

40

【0018】

本実施形態に係るトナーに含まれるトナー粒子は、シェル層を備えないトナー粒子であってもよいし、シェル層を備えるトナー粒子（以下、カプセルトナー粒子と記載することがある。）であってもよい。カプセルトナー粒子では、トナー母粒子が、例えば結着樹脂を含有するトナーコアと、トナーコアの表面を覆うシェル層とを備える。シェル層は、樹脂を含む。例えば、低温で熔融するトナーコアを、耐熱性に優れるシェル層で覆うことで、トナーの耐熱保存性及び低温定着性の両立を図ることが可能になる。シェル層を構成する樹脂中に添加剤が分散されていてもよい。シェル層は、トナーコアの表面全体を覆って

50

いてもよいし、トナーコアの表面を部分的に覆っていてもよい。

【0019】

本実施形態に係るトナーにおいて、画像形成に適したトナーを得るためには、トナー母粒子の体積中径径 (D_{50}) は、 $4\ \mu\text{m}$ 以上 $9\ \mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。

【0020】

トナー母粒子は、例えば主成分として結着樹脂を含有する。結着樹脂を含有するトナー母粒子は、必要に応じて、内添剤（例えば、着色剤、離型剤、電荷制御剤、及び磁性粉の少なくとも1つ）を含有してもよい。

【0021】

以下、本実施形態に係るトナーの詳細について、適宜図面を参照しながら説明する。

10

【0022】

[トナー粒子の構成]

以下、図1を参照して、本実施形態に係るトナーに含まれるトナー粒子の構成について説明する。図1は、本実施形態に係るトナーに含まれるトナー粒子の断面構造の一例を示す図である。

【0023】

図1に示すように、トナー粒子1は、トナー母粒子10と、トナー母粒子10の表面に付着した外添剤とを備える。外添剤は、シリカ基体21と、シリカ基体21を覆うコート層22とを備える外添剤粒子20を含む。コート層22は、ランタン原子を含む。連続印刷時におけるかぶりの発生をより抑制しつつ、高温高湿環境下において正帯電性をより良好に維持するためには、ランタン原子の含有量は、外添剤粒子20の質量に対して La_2O_3 換算で10質量%以上30質量%以下であることが好ましく、外添剤粒子20の質量に対して La_2O_3 換算で15質量%以上20質量%以下であることがより好ましい。ランタン原子の含有量の測定方法は、後述する実施例と同じ方法又はその代替方法である。

20

【0024】

シリカ基体21を覆うコート層22の表面は、疎水化処理されている。コート層22は、シリカ基体21の表面全体を覆っていてもよいし、シリカ基体21の表面を部分的に覆っていてもよい。ただし、連続印刷時におけるかぶりの発生をより抑制しつつ、高温高湿環境下において正帯電性をより良好に維持するためには、コート層22がシリカ基体21の表面全体を覆っていることが好ましい。

30

【0025】

連続印刷時におけるかぶりの発生をより抑制しつつ、高温高湿環境下において正帯電性をより良好に維持するためには、コート層22の厚さは、 $0.1\ \text{nm}$ 以上 $0.5\ \text{nm}$ 以下であることが好ましい。コート層22の厚さは、市販の画像解析ソフトウェア（例えば、三谷商事株式会社製「WinROOF」）を用いて外添剤粒子20の断面のTEM（透過型電子顕微鏡）撮影像を解析することによって計測できる。なお、1つの外添剤粒子20においてコート層22の厚さが均一でない場合には、均等に離間した4箇所（詳しくは、外添剤粒子20の断面の略中心で直交する2本の直線を引き、それら2本の直線がコート層22と交差する4箇所）の各々でコート層22の厚さを測定し、得られた4つの測定値の算術平均を、その外添剤粒子20の評価値（コート層22の厚さ）とする。TEM撮影像においてシリカ基体21とコート層22との境界が不明瞭である場合には、TEMと電子エネルギー損失分光法（EELS）とを組み合わせ、TEM撮影像中で、コート層22に含まれる特徴的な元素（例えばLa）のマッピングを行うことで、シリカ基体21とコート層22との境界を明確にすることができる。

40

【0026】

連続印刷時におけるかぶりの発生をより抑制するためには、外添剤粒子20の個数平均一次粒子径は、 $15\ \text{nm}$ 以上であることが好ましい。また、トナー母粒子10からの外添剤粒子20の脱離を抑制することによって正帯電性をより良好に維持するためには、外添剤粒子20の個数平均一次粒子径は、 $30\ \text{nm}$ 以下であることが好ましい。

【0027】

50

[トナー粒子の要素]

次に、本実施形態に係るトナーに含まれるトナー粒子の要素について説明する。

【 0 0 2 8 】

(結着樹脂)

トナーの低温定着性を向上させるためには、トナー母粒子は、結着樹脂として熱可塑性樹脂を含有することが好ましく、結着樹脂全体の 85 質量%以上の割合で熱可塑性樹脂を含有することがより好ましい。熱可塑性樹脂としては、例えば、スチレン系樹脂、アクリル酸エステル系樹脂、オレフィン系樹脂（より具体的には、ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂等）、ビニル樹脂（より具体的には、塩化ビニル樹脂、ポリビニルアルコール、ビニルエーテル樹脂、N - ビニル樹脂等）、ポリエステル樹脂、ポリアミド樹脂、及びウレタン樹脂が挙げられる。また、これら各樹脂の共重合体、すなわち上記樹脂中に任意の繰返し単位が導入された共重合体（より具体的には、スチレン - アクリル酸エステル系樹脂、スチレン - ブタジエン系樹脂等）も、結着樹脂として使用できる。

10

【 0 0 2 9 】

熱可塑性樹脂は、一種以上の熱可塑性モノマーを、付加重合、共重合、又は縮重合させることで得られる。なお、熱可塑性モノマーは、単独重合により熱可塑性樹脂になるモノマー（より具体的には、アクリル酸エステル系モノマー、スチレン系モノマー等）、又は縮重合により熱可塑性樹脂になるモノマー（例えば、縮重合によりポリエステル樹脂になる多価アルコール及び多価カルボン酸の組合せ）である。

【 0 0 3 0 】

トナーの低温定着性を向上させるためには、トナー母粒子が、結着樹脂としてポリエステル樹脂を含有することが好ましい。ポリエステル樹脂は、一種以上の多価アルコールと一種以上の多価カルボン酸とを縮重合させることで得られる。ポリエステル樹脂を合成するためのアルコールとしては、例えば以下に示すような、2 価アルコール（より具体的には、ジオール類、ビスフェノール類等）、及び 3 価以上のアルコールが挙げられる。ポリエステル樹脂を合成するためのカルボン酸としては、例えば以下に示すような、2 価カルボン酸、及び 3 価以上のカルボン酸が挙げられる。なお、多価カルボン酸の代わりに、多価カルボン酸の無水物、多価カルボン酸ハライド等の縮重合によりエステル結合を形成できる多価カルボン酸誘導体を使用してもよい。

20

【 0 0 3 1 】

ジオール類の好適な例としては、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 - プロパンジオール、1, 3 - プロパンジオール、1, 4 - ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、2 - ブテン - 1, 4 - ジオール、1, 5 - ペンタンジオール、2 - ペンテン - 1, 5 - ジオール、1, 6 - ヘキサンジオール、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、1, 4 - ベンゼンジオール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、及びポリテトラメチレングリコールが挙げられる。

30

【 0 0 3 2 】

ビスフェノール類の好適な例としては、ビスフェノール A、水素添加ビスフェノール A、ビスフェノール A エチレンオキサイド付加物、及びビスフェノール A プロピレンオキサイド付加物が挙げられる。

40

【 0 0 3 3 】

3 価以上のアルコールの好適な例としては、ソルビトール、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、グリセロール、ジグリセロール、2 - メチルプロパントリオール、2 - メチル - 1, 2, 4 - ブタントリオール、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、及び 1, 3, 5 - トリヒドロキシメチルベンゼンが挙げられる。

【 0 0 3 4 】

2 価カルボン酸の好適な例としては、マレイン酸、フマル酸、シトラコン酸、イタコン

50

酸、グルタコン酸、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、シクロヘキサンジカルボン酸、アジピン酸、セバシン酸、アゼライン酸、マロン酸、コハク酸、アルキルコハク酸（より具体的には、*n*-ブチルコハク酸、イソブチルコハク酸、*n*-オクチルコハク酸、*n*-ドデシルコハク酸、イソドデシルコハク酸等）、及びアルケニルコハク酸（より具体的には、*n*-ブテニルコハク酸、イソブテニルコハク酸、*n*-オクテニルコハク酸、*n*-ドデセニルコハク酸、イソドデセニルコハク酸等）が挙げられる。

【0035】

3価以上のカルボン酸の好適な例としては、1, 2, 4-ベンゼントリカルボン酸（トリメリット酸）、2, 5, 7-ナフタレントリカルボン酸、1, 2, 4-ナフタレントリカルボン酸、1, 2, 4-ブタントリカルボン酸、1, 2, 5-ヘキサントリカルボン酸、1, 3-ジカルボキシル-2-メチル-2-メチレンカルボキシプロパン、1, 2, 4-シクロヘキサントリカルボン酸、テトラ（メチレンカルボキシル）メタン、1, 2, 7, 8-オクタンテトラカルボン酸、ピロメリット酸、及びエンポール三量体酸が挙げられる。

10

【0036】

（着色剤）

トナー母粒子は、着色剤を含有していてもよい。着色剤としては、トナーの色に合わせて公知の顔料又は染料を用いることができる。トナーを用いて高画質の画像を形成するためには、着色剤の量が、結着樹脂100質量部に対して、1質量部以上20質量部以下であることが好ましい。

20

【0037】

トナー母粒子は、黒色着色剤を含有していてもよい。黒色着色剤の例としては、カーボンブラックが挙げられる。また、黒色着色剤は、イエロー着色剤、マゼンタ着色剤、及びシアン着色剤を用いて黒色に調色された着色剤であってもよい。

【0038】

トナー母粒子は、カラー着色剤を含有していてもよい。カラー着色剤としては、イエロー着色剤、マゼンタ着色剤、及びシアン着色剤が挙げられる。

【0039】

イエロー着色剤としては、例えば、縮合アゾ化合物、イソインドリノン化合物、アントラキノン化合物、アゾ金属錯体、メチン化合物、及びアリアルアミド化合物からなる群より選択される一種以上の化合物を使用できる。イエロー着色剤としては、例えば、C.I.ピグメントイエロー（3、12、13、14、15、17、62、74、83、93、94、95、97、109、110、111、120、127、128、129、147、151、154、155、168、174、175、176、180、181、191、及び194）、ナフトールイエローS、ハンザイエローG、並びにC.I.バットイエローが挙げられる。

30

【0040】

マゼンタ着色剤としては、例えば、縮合アゾ化合物、ジケトピロロピロール化合物、アントラキノン化合物、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、及びペリレン化合物からなる群より選択される一種以上の化合物を使用できる。マゼンタ着色剤としては、例えば、C.I.ピグメントレッド（2、3、5、6、7、19、23、48：2、48：3、48：4、57：1、81：1、122、144、146、150、166、169、177、184、185、202、206、220、221、及び254）が挙げられる。

40

【0041】

シアン着色剤としては、例えば、銅フタロシアニン化合物、アントラキノン化合物、及び塩基染料レーキ化合物からなる群より選択される一種以上の化合物を使用できる。シアン着色剤としては、例えば、C.I.ピグメントブルー（1、7、15、15：1、15：2、15：3、15：4、60、62、及び66）、フタロシアニンブルー、C.I.バットブルー、並びにC.I.アシッドブルーが挙げられる。

50

【 0 0 4 2 】

(離型剤)

トナー母粒子は、離型剤を含有していてもよい。離型剤は、例えば、トナーの耐オフセット性を向上させる目的で使用される。トナーの耐オフセット性を向上させるためには、離型剤の量は、結着樹脂 100 質量部に対して、1 質量部以上 20 質量部以下であることが好ましい。

【 0 0 4 3 】

離型剤としては、例えば、低分子量ポリエチレン、低分子量ポリプロピレン、ポリオレフィン共重合体、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、パラフィンワックス、フィッシュアトロボッシュワックス等の脂肪族炭化水素系ワックス；酸化ポリエチレンワックス、酸化ポリエチレンワックスのブロック共重合体等の脂肪族炭化水素系ワックスの酸化物；キャンデリラワックス、カルナバワックス、木ろう、ホホバろう、ライスワックス等の植物系ワックス；みつろう、ラノリン、鯨ろう等の動物系ワックス；オゾケライト、セレシン、ペトロラタム等の鉱物系ワックス；モンタン酸エステルワックス、カスターワックス等の脂肪酸エステルを主成分とするエステルワックス；脂肪酸エステルの一部又は全部が脱酸化したワックス（例えば、脱酸カルナバワックス）を好適に使用できる。本実施形態では、一種の離型剤を単独で使用してもよいし、複数種の離型剤を併用してもよい。

10

【 0 0 4 4 】

結着樹脂と離型剤との相溶性を改善するために、相溶化剤をトナー母粒子に添加してもよい。

20

【 0 0 4 5 】

(電荷制御剤)

トナー母粒子は、電荷制御剤を含有していてもよい。電荷制御剤は、例えば、トナーの帯電安定性又は帯電立ち上がり特性を向上させる目的で使用される。トナーの帯電立ち上がり特性は、短時間で所定の帯電レベルにトナーを帯電させることができるか否かの指標になる。トナー母粒子に正帯電性の電荷制御剤を含有させることで、トナー母粒子のカチオン性を強めることができる。

【 0 0 4 6 】

正帯電性の電荷制御剤の例としては、ピリダジン、ピリミジン、ピラジン、1, 2 - オキサジン、1, 3 - オキサジン、1, 4 - オキサジン、1, 2 - チアジン、1, 3 - チアジン、1, 4 - チアジン、1, 2, 3 - トリアジン、1, 2, 4 - トリアジン、1, 3, 5 - トリアジン、1, 2, 4 - オキサジアジン、1, 3, 4 - オキサジアジン、1, 2, 6 - オキサジアジン、1, 3, 4 - チアジアジン、1, 3, 5 - チアジアジン、1, 2, 3, 4 - テトラジン、1, 2, 4, 5 - テトラジン、1, 2, 3, 5 - テトラジン、1, 2, 4, 6 - オキサトリアジン、1, 3, 4, 5 - オキサトリアジン、フタラジン、キナゾリン、キノキサリン等のアジン化合物；アジンファストレッド FC、アジンファストレッド 12BK、アジンバイオレット BO、アジンブラウン 3G、アジンライトブラウン GR、アジンダークグリーン BH/C、アジンディーブブラック EW、アジンディーブブラック 3RL 等の直接染料；ニグロシン BK、ニグロシン NB、ニグロシン Z 等の酸性染料；ナフテン酸の金属塩類；高級有機カルボン酸の金属塩類；アルコキシル化アミン；アルキルアミド；ベンジルデシルヘキシルメチルアンモニウムクロライド、デシルトリメチルアンモニウムクロライド、2 - (メタクリロイルオキシ)エチルトリメチルアンモニウムクロライド、ジメチルアミノプロピルアクリルアミド塩化メチル 4 級塩等の 4 級アンモニウム塩が挙げられる。これらの電荷制御剤の一種のみを使用してもよく、二種以上を組み合わせ使用してもよい。

30

40

【 0 0 4 7 】

電荷制御剤の含有量は、帯電安定性を向上させるためには、結着樹脂 100 質量部に対して、0.1 質量部以上 10 質量部以下であることが好ましい。

【 0 0 4 8 】

50

(磁性粉)

トナー母粒子は、磁性粉を含有していてもよい。磁性粉の材料としては、例えば、強磁性金属(より具体的には、鉄、コバルト、ニッケル等)及びその合金、強磁性金属酸化物(より具体的には、フェライト、マグネタイト、二酸化クロム等)、並びに強磁性化処理が施された材料(より具体的には、熱処理により強磁性が付与された炭素材料等)が挙げられる。本実施形態では、一種の磁性粉を単独で使用してもよいし、複数種の磁性粉を併用してもよい。

【0049】

(外添剤)

本実施形態に係るトナーに含まれるトナー粒子は、トナー母粒子の表面に付着した外添剤を備える。外添剤は、シリカ基体と、シリカ基体を覆うコート層とを備える外添剤粒子(以下、特定外添剤粒子と記載することがある。)を含む。特定外添剤粒子が備えるコート層は、ランタン原子を含む。また、特定外添剤粒子が備えるコート層の表面は、疎水化処理されている。

【0050】

シリカ基体は、特に限定されず、表面処理されていないシリカ粒子であっても、表面処理されたシリカ粒子であってもよい。ただし、コート層を容易に形成するためには、シリカ基体としては、表面処理されていないシリカ粒子が好ましい。

【0051】

コート層は、ランタン原子を含む。コート層の構成材料としては、例えば酸化ランタン、及び水酸化ランタンが挙げられる。連続印刷時におけるかぶりの発生をより抑制しつつ、高温高湿環境下において正帯電性をより良好に維持するためには、コート層中の酸化ランタン及び水酸化ランタンの合計含有量は、80質量%以上であることが好ましく、90質量%以上であることがより好ましく、100質量%であることが特に好ましい。

【0052】

シリカ基体を覆うコート層を形成する方法は、ランタン原子を含むコート層を形成できる方法であれば、特に限定されない。以下、シリカ基体を覆うコート層を形成する方法の一例について説明する。

【0053】

まず、シリカ基体(例えば乾式フュームドシリカ粒子)を純水に懸濁させてスラリーを得る。次いで、スラリーを加熱して、その温度を35以上45以下に調整する。次いで、温度調整したスラリーに塩酸を添加して、スラリーのpHを2.5以上3.5以下に調整する。次いで、得られたスラリーを攪拌しながら、酸化ランタンをスラリーに添加し、スラリーの温度を35以上45以下に保持しつつスラリーを攪拌する。この際の攪拌時間は、例えば15分以上60分以下である。また、酸化ランタンのスラリーへの添加量を変更することにより、特定外添剤粒子中のランタン原子の含有量を調整できる。酸化ランタンは、スラリーのpHを2.5以上3.5以下とすることにより、スラリーへの溶解性(又は分散性)が高まるため、ランタン原子を含むコート層の材料として好適である。

【0054】

続けて、水酸化ナトリウム水溶液をスラリーに添加して、スラリーのpHを4.5以上5.5以下に調整した後、スラリーの温度を35以上45以下に保持しつつスラリーを攪拌する。この際の攪拌時間は、例えば30分以上90分以下である。この操作により、シリカ基体の表面に水酸化ランタンが析出する。続けて、水酸化ナトリウム水溶液をスラリーに添加して、スラリーのpHを6.5以上7.5以下に調整し、水酸化ランタンの析出を終了させる。

【0055】

続けて、得られたスラリーを、水洗した後、ろ過し、更に乾燥させることにより、シリカ基体と、シリカ基体を覆うコート層(詳しくは、ランタン原子を含むコート層)とを備える粒子の粉体(以下、被覆シリカ粉体と記載することがある。)を得る。続けて、被覆

10

20

30

40

50

シリカ粉体を、空気雰囲気中、温度300以上600以下の条件で焼成する。この際の焼成時間は、例えば30分以上90分以下である。焼成温度及び焼成時間の少なくとも一方を変更することにより、コート層中における酸化ランタンと水酸化ランタンとの質量比を調整することができる。以上の方法により、シリカ基体を覆うコート層を形成することができる。なお、被覆シリカ粉体の焼成は、省略してもよい。

【0056】

コート層の表面を疎水化処理するための疎水化剤としては、シリコンオイル、シラザン化合物、及びシラン化合物からなる群より選択される一種以上の疎水化剤が好ましい。高温高湿環境下において正帯電性をより良好に維持するためには、疎水化剤としては、炭素原子数4以上12以下の直鎖アルキル基を有するシラン化合物（より具体的には、n-ブチルトリエトキシシラン、n-オクチルトリエトキシシラン等）が好ましい。炭素原子数4以上12以下の直鎖アルキル基を有するシラン化合物によりコート層の表面を疎水化処理すると、コート層の表面に炭素原子数4以上12以下の直鎖アルキル基が付与される。より詳しくは、炭素原子数4以上12以下の直鎖アルキル基を有するシラン化合物を用いてコート層の表面を処理した場合、シラン化合物の水酸基（例えば、水分によりシラン化合物のアルコキシ基が加水分解されて生成する水酸基）が、コート層の表面に存在する水酸基と脱水縮合反応する。こうした反応により、炭素原子数4以上12以下の直鎖アルキル基を有するシラン化合物と、コート層のランタン原子とが化学結合することで、コート層の表面に炭素原子数4以上12以下の直鎖アルキル基（疎水性基）が付与される。

10

【0057】

コート層の表面が炭素原子数4以上12以下の直鎖アルキル基を有する特定外添剤粒子は、疎水性が比較的高くなるため、高温高湿環境下において正帯電性をより良好に維持できる。

20

【0058】

正帯電性により優れるトナーを得るためには、コート層の表面を正帯電化処理することが好ましい。コート層の表面を正帯電化処理するための正帯電化処理剤としては、アミノ基を有するシラン化合物（より具体的には、3-アミノプロピルトリエトキシシラン等）が好ましい。アミノ基を有するシラン化合物によりコート層の表面を正帯電化処理すると、コート層の表面にアミノ基が付与される。コート層の表面がアミノ基を有する特定外添剤粒子は、正帯電性が強くなる傾向がある。

30

【0059】

連続印刷時におけるかぶりの発生をより抑制しつつ、高温高湿環境下において正帯電性をより良好に維持するためには、特定外添剤粒子としては、コート層の表面が炭素原子数4以上12以下の直鎖アルキル基を有する特定外添剤粒子が好ましく、コート層の表面が炭素原子数4以上12以下の直鎖アルキル基及びアミノ基を有する特定外添剤粒子がより好ましい。同様の理由から、特定外添剤粒子としては、n-ブチルトリエトキシシラン及びn-オクチルトリエトキシシランの少なくとも一方と、3-アミノプロピルトリエトキシシランとでコート層の表面が処理された特定外添剤粒子が更に好ましい。

【0060】

外添剤は、外添剤粒子として、特定外添剤粒子のみを含んでいてもよく、特定外添剤粒子以外に他の外添剤粒子を含んでいてもよい。他の外添剤粒子としては、トナーの流動性を良好に維持するためには、金属酸化物粒子（より具体的には、アルミナ、チタニア、酸化マグネシウム、酸化亜鉛、チタン酸ストロンチウム、チタン酸バリウム等の粒子）が好ましい。本実施形態では、一種類の金属酸化物粒子を単独で使用してもよいし、複数種の金属酸化物粒子を併用してもよい。

40

【0061】

トナー母粒子からの外添剤の脱離を抑制しながら外添剤の機能を十分に発揮させるためには、外添剤の量（他の外添剤粒子を使用する場合には、特定外添剤粒子及び他の外添剤粒子の合計量）が、トナー母粒子100質量部に対して、1質量部以上10質量部以下であることが好ましい。

50

【0062】

<トナーの製造方法>

次に、上述した実施形態に係るトナーの好適な製造方法について説明する。以下、上述した実施形態に係るトナーと重複する構成要素については説明を省略する。

【0063】

[トナー母粒子の調製工程]

まず、凝集法又は粉砕法によりトナー母粒子を調製する。

【0064】

凝集法は、例えば、凝集工程及び合一化工程を含む。凝集工程では、トナー母粒子を構成する成分を含む微粒子を水性媒体中で凝集させて、凝集粒子を形成する。合一化工程では、凝集粒子に含まれる成分を水性媒体中で合一化させてトナー母粒子を形成する。

10

【0065】

次に粉砕法を説明する。粉砕法によれば、比較的容易にトナー母粒子を調製できる上、製造コストの低減が可能である。粉砕法でトナー母粒子を調製する場合、トナー母粒子の調製工程は、例えば溶融混練工程と、粉砕工程とを備える。トナー母粒子の調製工程は、溶融混練工程の前に混合工程を更に備えてもよい。また、トナー母粒子の調製工程は、粉砕工程後に、微粉砕工程及び分級工程の少なくとも一方を更に備えてもよい。

【0066】

混合工程では、例えば、結着樹脂と、必要に応じて添加する内添剤とを混合して、混合物を得る。溶融混練工程では、トナー材料を溶融し混練して、溶融混練物を得る。トナー材料としては、例えば混合工程で得られる混合物が用いられる。粉砕工程では、得られた溶融混練物を、例えば室温(25)まで冷却した後、粉砕して粉砕物を得る。粉砕工程で得られた粉砕物の小径化が必要な場合は、粉砕物を更に粉砕する工程(微粉砕工程)を実施してもよい。また、粉砕物の粒径を揃える場合は、得られた粉砕物を分級する工程(分級工程)を実施してもよい。以上の工程により、粉砕物であるトナー母粒子が得られる。

20

【0067】

[外添工程]

その後、混合機(例えば、日本コークス工業株式会社製「マルチパーパスミキサ」)を用いて、得られたトナー母粒子と、特定外添剤粒子を少なくとも含む外添剤とを混合して、トナー母粒子の表面に外添剤を付着させる。こうして、トナー粒子を含むトナーが製造される。

30

【実施例】

【0068】

以下、本発明の実施例について比較例と併せて説明する。

【0069】

<外添剤の調製>

[外添剤EA-1の調製]

シリカ基体としての乾式フュームドシリカ粒子(株式会社トクヤマ製「レオロシール(登録商標)QS-10」)50gを、純水300gに懸濁させてスラリーを得た後、加温してその温度を40に調整した。次いで、温度40のスラリーに塩酸(塩化水素の濃度:1モル/L)を添加して、スラリーのpHを3に調整した。

40

【0070】

続けて、上記のようにして得た温度40のスラリーを攪拌しながら、シリカ基体の質量に対して15質量%の酸化ランタン(和光純薬工業株式会社製)をスラリーに添加した。続けて、スラリーの温度を40に保持しつつスラリーを30分間攪拌した。続けて、濃度1モル/Lの水酸化ナトリウム水溶液をスラリーに添加して、スラリーのpHを5に調整した後、スラリーの温度を40に保持しつつスラリーを1時間攪拌した。この操作により、シリカ基体の表面に水酸化ランタンを析出させた。続けて、濃度1モル/Lの水酸化ナトリウム水溶液をスラリーに添加して、スラリーのpHを7に調整し、水酸化ラン

50

タンの析出を終了させた。

【0071】

続けて、得られたスラリーを、水洗した後、ろ過し、更に乾燥機を用いて乾燥（乾燥温度：130、乾燥時間：12時間）させることにより、粉体を得た。この粉体は、シリカ基体と、シリカ基体を覆うコート層（詳しくは、ランタン原子を含むコート層）とを備える粒子の粉体（被覆シリカ粉体）であった。得られた被覆シリカ粉体では、シリカ基体の表面がコート層で完全に覆われていた。続けて、得られた被覆シリカ粉体を、空気雰囲気中、温度300の条件で1時間焼成した。

【0072】

続けて、焼成した被覆シリカ粉体50gを、小型磁器鉢型擂潰機（株式会社石川工場製「石川式攪拌擂潰機22号」）を用いて攪拌しながら、被覆シリカ粉体の質量に対して15質量%の3-アミノプロピルトリエトキシシランを被覆シリカ粉体に添加した。その後、擂潰機（石川式攪拌擂潰機22号）を用いて被覆シリカ粉体を30分間攪拌した。続けて、擂潰機（石川式攪拌擂潰機22号）を用いて被覆シリカ粉体を攪拌しながら、被覆シリカ粉体の質量（3-アミノプロピルトリエトキシシランが添加される前の質量）に対して10質量%のn-ブチルトリエトキシシランを被覆シリカ粉体に添加した。その後、擂潰機（石川式攪拌擂潰機22号）を用いて被覆シリカ粉体を30分間攪拌した。続けて、3-アミノプロピルトリエトキシシラン及びn-ブチルトリエトキシシランで処理された被覆シリカ粉体に対して、乾燥機を用いて温度90の熱処理を48時間行った。その後、熱処理された被覆シリカ粉体を解砕し、外添剤EA-1を得た。外添剤EA-1に含まれる外添剤粒子は、シリカ基体と、シリカ基体を覆うコート層（詳しくは、ランタン原子を含むコート層）とを備え、コート層の表面に正帯電化処理及び疎水化処理が施されていた。また、外添剤EA-1に含まれる外添剤粒子は、個数平均一次粒子径が20nmであった。

【0073】

[外添剤EA-2の調製]

酸化ランタン（和光純薬工業株式会社製）の添加量をシリカ基体の質量に対して25質量%としたこと以外は、外添剤EA-1の調製と同様の方法により、外添剤EA-2を得た。外添剤EA-2に含まれる外添剤粒子は、シリカ基体と、シリカ基体を覆うコート層（詳しくは、ランタン原子を含むコート層）とを備え、コート層の表面に正帯電化処理及び疎水化処理が施されていた。また、外添剤EA-2に含まれる外添剤粒子は、個数平均一次粒子径が21nmであった。

【0074】

[外添剤EA-3の調製]

酸化ランタン（和光純薬工業株式会社製）の添加量をシリカ基体の質量に対して35質量%としたこと以外は、外添剤EA-1の調製と同様の方法により、外添剤EA-3を得た。外添剤EA-3に含まれる外添剤粒子は、シリカ基体と、シリカ基体を覆うコート層（詳しくは、ランタン原子を含むコート層）とを備え、コート層の表面に正帯電化処理及び疎水化処理が施されていた。また、外添剤EA-3に含まれる外添剤粒子は、個数平均一次粒子径が22nmであった。

【0075】

[外添剤EA-4の調製]

n-ブチルトリエトキシシラン（被覆シリカ粉体の質量に対する添加量：10質量%）の代わりに、n-オクチルトリエトキシシラン（被覆シリカ粉体の質量に対する添加量：10質量%）を用いたこと、及び酸化ランタン（和光純薬工業株式会社製）の添加量をシリカ基体の質量に対して25質量%としたこと以外は、外添剤EA-1の調製と同様の方法により、外添剤EA-4を得た。外添剤EA-4に含まれる外添剤粒子は、シリカ基体と、シリカ基体を覆うコート層（詳しくは、ランタン原子を含むコート層）とを備え、コート層の表面に正帯電化処理及び疎水化処理が施されていた。また、外添剤EA-4に含まれる外添剤粒子は、個数平均一次粒子径が19nmであった。

【 0 0 7 6 】

[外添剤 E A - 5 の調製]

焼成を行わなかったこと、及び酸化ランタン（和光純薬工業株式会社製）の添加量をシリカ基体の質量に対して 2 5 質量%としたこと以外は、外添剤 E A - 1 の調製と同様の方法により、外添剤 E A - 5 を得た。外添剤 E A - 5 に含まれる外添剤粒子は、シリカ基体と、シリカ基体を覆うコート層（詳しくは、ランタン原子を含むコート層）とを備え、コート層の表面に正帯電化処理及び疎水化処理が施されていた。また、外添剤 E A - 5 に含まれる外添剤粒子は、個数平均一次粒子径が 2 1 n m であった。

【 0 0 7 7 】

[外添剤 E A - 6 の調製]

焼成の際の温度（焼成温度）を 6 0 0 に変更したこと、及び酸化ランタン（和光純薬工業株式会社製）の添加量をシリカ基体の質量に対して 2 5 質量%としたこと以外は、外添剤 E A - 1 の調製と同様の方法により、外添剤 E A - 6 を得た。外添剤 E A - 6 に含まれる外添剤粒子は、シリカ基体と、シリカ基体を覆うコート層（詳しくは、ランタン原子を含むコート層）とを備え、コート層の表面に正帯電化処理及び疎水化処理が施されていた。また、外添剤 E A - 6 に含まれる外添剤粒子は、個数平均一次粒子径が 2 0 n m であった。

10

【 0 0 7 8 】

[外添剤 E A - 7 の調製]

以下の点を変更したこと以外は、外添剤 E A - 1 の調製と同様の方法により、外添剤 E A - 7 を得た。外添剤 E A - 7 に含まれる外添剤粒子は、シリカ基体と、シリカ基体を覆うコート層（詳しくは、ランタン原子を含むコート層）とを備え、コート層の表面に疎水化処理が施されていた。また、外添剤 E A - 7 に含まれる外添剤粒子は、個数平均一次粒子径が 2 3 n m であった。

20

【 0 0 7 9 】

(変更点)

外添剤 E A - 7 の調製では、3 - アミノプロピルトリエトキシシランによる表面処理を行わなかった。外添剤 E A - 7 の調製では、焼成の際の温度（焼成温度）を 6 0 0 に変更した。外添剤 E A - 7 の調製では、酸化ランタン（和光純薬工業株式会社製）の添加量をシリカ基体の質量に対して 2 5 質量%とした。

30

【 0 0 8 0 】

[外添剤 E B - 1 の調製]

擂潰機（石川式攪拌擂潰機 2 2 号）を用いて表面処理する際の処理対象（粉体）として、焼成した被覆シリカ粉体 5 0 g の代わりに、乾式フュームドシリカ粒子（株式会社トクヤマ製「レオロシル（登録商標）Q S - 1 0」）5 0 g を用いたこと以外は、外添剤 E A - 1 の調製と同様の方法により、外添剤 E B - 1 を得た。外添剤 E B - 1 に含まれる外添剤粒子は、ランタン原子を含むコート層を備えていなかった。また、外添剤 E B - 1 に含まれる外添剤粒子は、個数平均一次粒子径が 1 8 n m であった。

【 0 0 8 1 】

[外添剤 E B - 2 の調製]

酸化ランタン（和光純薬工業株式会社製）の添加量をシリカ基体の質量に対して 2 5 質量%としたこと、及び擂潰機（石川式攪拌擂潰機 2 2 号）を用いた表面処理（正帯電化処理及び疎水化処理）を行わなかったこと以外は、外添剤 E A - 1 の調製と同様の方法により、外添剤 E B - 2 を得た。外添剤 E B - 2 に含まれる外添剤粒子は、ランタン原子を含むコート層の表面が、正帯電化処理及び疎水化処理の何れも施されていなかった。また、外添剤 E B - 2 に含まれる外添剤粒子は、個数平均一次粒子径が 2 2 n m であった。

40

【 0 0 8 2 】

[外添剤 E B - 3 の調製]

擂潰機（石川式攪拌擂潰機 2 2 号）を用いて表面処理する際の処理対象（粉体）として、焼成した被覆シリカ粉体 5 0 g の代わりに、酸化ランタン（和光純薬工業株式会社製）

50

50 g を用いたこと以外は、外添剤 E A - 1 の調製と同様の方法により、外添剤 E B - 3 を得た。外添剤 E B - 3 に含まれる外添剤粒子は、シリカ基体を備えていなかった。また、外添剤 E B - 3 に含まれる外添剤粒子は、個数平均一次粒子径が 300 nm であった。

【0083】

<ランタン原子の含有量 (La_2O_3 換算の含有量) の測定 >

錠剤成型圧縮機 (株式会社前川試験機製作所製「BRE-33」) を用いて、測定対象 (外添剤 E A - 1 ~ E A - 7 及び E B - 2 の何れか) の外添剤 0.5 g を加圧成形して、直径 20 mm の円柱状ペレットを作製した。得られたペレットについて下記条件で蛍光 X 線分析を行い、ランタン (La) に由来するピークを含む蛍光 X 線スペクトル (横軸: エネルギー、縦軸: 強度 (光子の数)) を得た。

【0084】

[蛍光 X 線分析の条件]

- ・分析装置: 蛍光 X 線分析装置 (株式会社リガク製「ZSX-100e」)
- ・X 線管球 (X 線源): Rh (ロジウム)
- ・励起条件: 管電圧 50 kV、管電流 60 mA
- ・分光結晶: LiF
- ・検出器: シンチレーション検出器
- ・測定領域 (X 線照射範囲): 直径 20 mm
- ・測定雰囲気: 真空 (20 Pa)

【0085】

得られた蛍光 X 線スペクトルのランタン (La) に由来するピークの X 線強度を、下記方法で予め作成した検量線を用いて酸化ランタンの含有量 (単位: 質量%) に換算した。得られた換算値を、測定対象の外添剤に含まれるランタン原子の含有量 (詳しくは、測定対象の外添剤に含まれる外添剤粒子の質量に対するランタン原子の含有量) の La_2O_3 換算値 (以下、 La_2O_3 換算のランタン原子含有量と記載することがある。) とした。

【0086】

[検量線の作成方法]

乾式フュームドシリカ粒子 (株式会社トクヤマ製「レオロシール (登録商標) QS-10」) と、酸化ランタン (和光純薬工業株式会社製) とを混合した粉体サンプルを複数種準備した。詳しくは、乾式フュームドシリカ粒子及び酸化ランタンの合計質量に対して、酸化ランタンを 1 質量% 含む粉体サンプル、酸化ランタンを 5 質量% 含む粉体サンプル、酸化ランタンを 10 質量% 含む粉体サンプル、酸化ランタンを 15 質量% 含む粉体サンプル、酸化ランタンを 20 質量% 含む粉体サンプル、及び酸化ランタンを 25 質量% 含む粉体サンプルをそれぞれ準備した。次いで、錠剤成型圧縮機 (株式会社前川試験機製作所製「BRE-33」) を用いて、各粉体サンプル 0.5 g を加圧成形して、直径 20 mm の円柱状ペレットを作製した。得られた各ペレットについて、上述した蛍光 X 線分析の条件と同じ条件で分析を行い、得られた蛍光 X 線スペクトルのランタン (La) に由来するピークの X 線強度と、ペレット中の酸化ランタンの含有量 (単位: 質量%) とをプロットし、検量線を作成した。

【0087】

外添剤 E A - 1 ~ E A - 7 及び E B - 1 ~ E B - 3 のそれぞれについて、表 1 に、正帯電化処理の有無、疎水化処理の有無、及び La_2O_3 換算のランタン原子含有量を示す。なお、表 1 において、 La_2O_3 換算のランタン原子含有量の欄の「-」は、 La_2O_3 換算のランタン原子含有量を測定できなかったことを示す。

【0088】

10

20

30

40

【表 1】

外添剤	正帯電化処理 の有無	疎水化処理 の有無	La ₂ O ₃ 換算のランタン原子含有量 [質量%]
EA-1	有り	有り	10.8
EA-2	有り	有り	16.5
EA-3	有り	有り	21.3
EA-4	有り	有り	16.3
EA-5	有り	有り	16.4
EA-6	有り	有り	16.4
EA-7	無し	有り	12.0
EB-1	有り	有り	-
EB-2	無し	無し	17.8
EB-3	有り	有り	-

10

【0089】

20

<トナーの作製>

[トナーTA-1の作製]

トナー母粒子として、京セラドキュメントソリューションズ株式会社製の「TASKalfa5550ci」用シアントナー未外添品（体積中位径（D₅₀）：6.8 μm）を準備した。100質量部の上記トナー母粒子と、2質量部の外添剤EA-1とを、多目的小型混合粉碎機（日本コークス工業株式会社製「マルチパーパスミキサ」）を用いて、回転速度4000rpmの条件で3分間混合した。これにより、トナー母粒子の表面に外添剤EA-1を付着させた。続けて、得られた粉体を、200メッシュ（目開き75 μm）の篩を用いて篩別した。その結果、正帯電性のトナーTA-1が得られた。

【0090】

30

[トナーTA-2～TA-7及びTB-1～TB-3の作製]

外添剤EA-1の代わりに表2に示す外添剤を使用したこと以外は、トナーTA-1の作製と同様の方法で、トナーTA-2～TA-7及びTB-1～TB-3をそれぞれ作製した。トナーTA-2～TA-7及びTB-1～TB-3は、何れも正帯電性のトナーであった。

【0091】

<評価方法>

各試料（トナーTA-1～TA-7及びTB-1～TB-3）の評価方法は、以下の通りである。

【0092】

40

[評価用現像剤の調製]

現像剤用キャリア（京セラドキュメントソリューションズ株式会社製の「TASKalfa5550ci」用キャリア）100質量部と、評価に用いるトナー10質量部とを、ボールミルを用いて30分間混合して、評価用現像剤（2成分現像剤）を調製した。

【0093】

[耐かぶり性]

評価機として、複合機（京セラドキュメントソリューションズ株式会社製「TASKalfa5550ci」）を用いた。前述の方法で調製した評価用現像剤を評価機のシア管用現像装置に投入し、補給用トナー（評価に用いるトナー）を評価機のシア管用トナーコンテナに投入した。次いで、温度20℃かつ湿度65%RHの環境下、上記評価機を用い

50

て、印字率 2% の画像を印刷用紙 (A4 サイズ) に 5000 枚連続で印刷した。次いで、印字率 50% の画像 (ソリッド部と空白部とを含むパターン画像) を印刷用紙 (A4 サイズ) に 1000 枚連続で印刷した。次いで、反射濃度計 (X-Rite 社製「SpectroEye (登録商標)») を用いて、印字率 50% の画像が印刷されたそれぞれの紙における空白部の反射濃度を測定した。そして、次の式に基づいて、かぶり濃度 (FD) を求めた。

かぶり濃度 = 空白部の反射濃度 - 未印刷紙の反射濃度

【0094】

次いで、測定された全てのかぶり濃度 (FD) の中で最も高いかぶり濃度 (最大かぶり濃度) を求めた。結果を表 2 に示す。最大かぶり濃度が 0.006 未満であれば、「連続印刷時におけるかぶりの発生を特に抑制できている」と評価した。最大かぶり濃度が 0.006 以上 0.010 未満であれば、「連続印刷時におけるかぶりの発生を抑制できている」と評価した。最大かぶり濃度が 0.010 以上であれば、「連続印刷時におけるかぶりの発生を抑制できていない」と評価した。

10

【0095】

[高温高湿環境下での帯電量の測定]

前述の方法で評価用現像剤を調製した後、温度 32.5 °C かつ湿度 80% RH の高温高湿環境下、24 時間にわたって評価用現像剤を静置した。その後、温度 32.5 °C かつ湿度 80% RH の高温高湿環境下、評価用現像剤に含まれるトナーの帯電量 (単位: $\mu\text{C}/\text{g}$) を、Q/mメーターを用いて測定した。Q/mメーターによる帯電量の測定方法の詳細を以下に示す。

20

【0096】

(Q/mメーターによる帯電量の測定方法)

Q/mメーター (トレック社製「MODEL 210HS-1」) の測定セルに評価用現像剤 0.10 g を投入し、投入された評価用現像剤のうちトナーのみを篩 (金網) を介して 10 秒間吸引した。そして、式「吸引されたトナーの総電気量 (単位: μC) / 吸引されたトナーの質量 (単位: g)」に基づいて、トナーの帯電量 (単位: $\mu\text{C}/\text{g}$) を算出した。

【0097】

上記測定方法で測定された、高温高湿環境下での帯電量を表 2 に示す。高温高湿環境下での帯電量が $15 \mu\text{C}/\text{g}$ 以上であれば、「高温高湿環境下において正帯電性を特に良好に維持できている」と評価した。高温高湿環境下での帯電量が $10 \mu\text{C}/\text{g}$ 以上 $15 \mu\text{C}/\text{g}$ 未満であれば、「高温高湿環境下において正帯電性を良好に維持できている」と評価した。高温高湿環境下での帯電量が $10 \mu\text{C}/\text{g}$ 未満であれば、「高温高湿環境下において正帯電性を良好に維持できていない」と評価した。

30

【0098】

【表 2】

	トナー	外添剤	最大かぶり濃度	高温高湿環境下での帯電量 [$\mu\text{C/g}$]
実施例 1	TA-1	EA-1	0.008	19.5
実施例 2	TA-2	EA-2	0.004	15.1
実施例 3	TA-3	EA-3	0.003	12.6
実施例 4	TA-4	EA-4	0.004	22.8
実施例 5	TA-5	EA-5	0.002	20.2
実施例 6	TA-6	EA-6	0.003	19.5
実施例 7	TA-7	EA-7	0.002	10.2
比較例 1	TB-1	EB-1	0.018	18.5
比較例 2	TB-2	EB-2	0.002	5.7
比較例 3	TB-3	EB-3	0.002	7.3

10

【0099】

20

トナー TA-1 ~ TA-7 に含まれる外添剤粒子は、シリカ基体と、シリカ基体を覆うコート層（詳しくは、ランタン原子を含むコート層）とを備え、コート層の表面に疎水化処理が施されていた。

【0100】

表 2 に示すように、トナー TA-1 では、最大かぶり濃度が 0.006 以上 0.010 未満であった。よって、トナー TA-1 は、連続印刷時におけるかぶりの発生を抑制できていた。トナー TA-2 ~ TA-7 では、最大かぶり濃度が 0.006 未満であった。よって、トナー TA-2 ~ TA-7 は、連続印刷時におけるかぶりの発生を特に抑制できていた。トナー TA-1、TA-2 及び TA-4 ~ TA-6 では、高温高湿環境下での帯電量が $15 \mu\text{C/g}$ 以上であった。よって、トナー TA-1、TA-2 及び TA-4 ~ TA-6 は、高温高湿環境下において正帯電性を特に良好に維持できていた。トナー TA-3 及び TA-7 では、高温高湿環境下での帯電量が $10 \mu\text{C/g}$ 以上 $15 \mu\text{C/g}$ 未満であった。よって、トナー TA-3 及び TA-7 は、高温高湿環境下において正帯電性を良好に維持できていた。

30

【0101】

トナー TB-1 に含まれる外添剤粒子は、ランタン原子を含むコート層を備えていなかった。トナー TB-2 に含まれる外添剤粒子は、ランタン原子を含むコート層の表面が疎水化処理されていなかった。トナー TB-3 に含まれる外添剤粒子は、シリカ基体を備えていなかった。

【0102】

40

表 2 に示すように、トナー TB-1 では、最大かぶり濃度が 0.010 以上であった。よって、トナー TB-1 は、連続印刷時におけるかぶりの発生を抑制できていなかった。トナー TB-2 及び TB-3 では、高温高湿環境下での帯電量が $10 \mu\text{C/g}$ 未満であった。よって、トナー TB-2 及び TB-3 は、高温高湿環境下において正帯電性を良好に維持できていなかった。

【0103】

以上の結果から、本発明に係るトナーによれば、連続印刷時におけるかぶりの発生を抑制しつつ、高温高湿環境下において正帯電性を良好に維持できることが示された。

【産業上の利用可能性】

【0104】

50

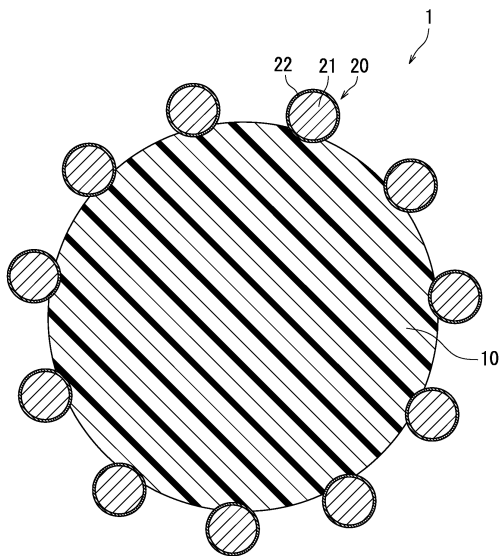
本発明に係るトナーは、例えば複合機又はプリンターにおいて画像を形成するために利用することができる。

【符号の説明】

【 0 1 0 5 】

- 1 トナー粒子
- 10 トナー母粒子
- 20 外添剤粒子
- 21 シリカ基体
- 22 コート層

【図1】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開昭62-061069(JP,A)
特開2008-024529(JP,A)
特開2017-102392(JP,A)
特開2018-155912(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G03G 9/00 - 9/16