



(10) **DE 11 2013 000 795 B4** 2021.03.11

(12)

Patentschrift

(21) Deutsches Aktenzeichen: **11 2013 000 795.9**
(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/JP2013/052787**
(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2013/115413**
(86) PCT-Anmeldetag: **31.01.2013**
(87) PCT-Veröffentlichungstag: **08.08.2013**
(43) Veröffentlichungstag der PCT Anmeldung
in deutscher Übersetzung: **16.10.2014**
(45) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: **11.03.2021**

(51) Int Cl.: **G03G 9/083 (2006.01)**
G03G 9/08 (2006.01)

Innerhalb von neun Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(30) Unionspriorität:
2012-019517 01.02.2012 JP

(73) Patentinhaber:
CANON KABUSHIKI KAISHA, Tokyo, JP

(74) Vertreter:
TBK, 80336 München, DE

(72) Erfinder:
**Ohmori, Atsuhiko, c/o CANON KABUSHIKI
KAISHA, Tokyo, JP; Magome, Michihisa, c/
o CANON KABUSHIKI KAISHA, Tokyo, JP;
Hasegawa, Yusuke, c/o CANON KABUSHIKI
KAISHA, Tokyo, JP; Tanaka, Keisuke, c/o CANON
KABUSHIKI KAISHA, Tokyo, JP**

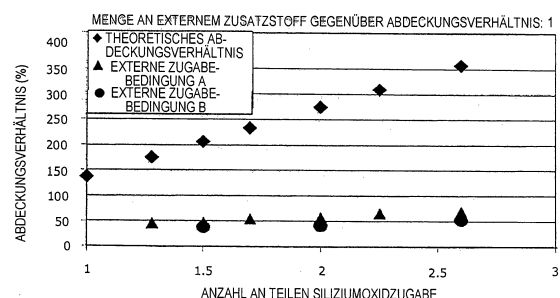
(56) Ermittelter Stand der Technik:

US	7 855 042	B2
US	2010 / 0 239 971	A1

(54) Bezeichnung: **Magnetischer Toner**

(57) Hauptanspruch: Magnetischer Toner mit: magnetischen Tonerpartikeln, die ein Bindemittelharz und einen magnetischen Körper umfassen; und anorganischen Feinpartikeln, die auf der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel vorhanden sind, wobei die auf der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel vorhandenen anorganischen Feinpartikel Strontiumtitanat-Feinpartikel und Metalloxid-Feinpartikel umfassen, die Metalloxid-Feinpartikel mindestens eine Art Metalloxid-Feinpartikel enthalten, die aus der aus Siliziumoxid-Feinpartikeln, Titanoxid-Feinpartikeln und Aluminiumoxid-Feinpartikeln bestehenden Gruppe gewählt sind, und der Gehalt der Siliziumoxid-Feinpartikel bezogen auf eine Gesamtmasse der Siliziumoxid-Feinpartikel, der Titanoxid-Feinpartikel und der Aluminiumoxid-Feinpartikel mindestens 85 Masse% beträgt, wobei wenn ein Abdeckungsverhältnis A (%) ein Abdeckungsverhältnis der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel durch die anorganischen Feinpartikel ist und ein Abdeckungsverhältnis B (%) ein Abdeckungsverhältnis der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel durch die anorganischen Feinpartikel ist, die an der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel fixiert sind, der magnetische Toner ein Abdeckungsverhältnis A von mindestens 45,0% und nicht mehr als 70,0% hat und ein Verhältnis [Abdeckungsverhältnis B/Abdeckungsverhältnis

A] des Abdeckungsverhältnisses B zum Abdeckungsverhältnis A mindestens 0,50 bis nicht mehr als 0,85 beträgt, der Gehalt der Strontiumtitanat-Feinpartikel ...



Beschreibung

- Technisches Gebiet -

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf einen magnetischen Toner zur Verwendung in zum Beispiel elektrofotografischen Verfahren, elektrostatischen Aufzeichnungsverfahren und magnetischen Aufzeichnungsverfahren.

- Stand der Technik -

[0002] Für die Ausübung von Elektrofotografie sind zahlreiche Verfahren bekannt. Auf allgemeiner Ebene sind dies Verfahren, in denen ein Kopiergegenstand durch einen Bilderzeugungsprozess erzielt wird, der Folgendes hat: einen Ladeschritt, in dem ein ein elektrostatisches Latentbild tragendes Bauteil geladen wird; einen ein elektrostatisches Latentbild erzeugenden Schritt, in dem auf dem geladenen, ein elektrostatisches Latentbild tragenden Bauteil ein elektrostatisches Latentbild erzeugt wird; einen Schritt, in dem das elektrostatische Latentbild von einem magnetischen Toner entwickelt wird, der auf einem magnetischen Toner tragenden Bauteil getragen wird, um auf dem ein elektrostatisches Latentbild tragenden Bauteil ein magnetisches Tonerbild zu erzeugen; einen Übertragungsschritt, in dem dieses Tonerbild auf dem ein elektrostatisches Latentbild tragenden Bauteil auf ein Übertragungsmaterial übertragen wird; einen Fixierschritt, in dem dieses Tonerbild auf dem Aufzeichnungsmedium durch zum Beispiel die Aufbringung von Wärme oder Druck fixiert wird; und einen Reinigungsschritt, in dem der magnetische Toner auf dem ein elektrostatisches Latentbild tragenden Bauteil durch eine Reinigungsklinge entfernt wird. Kopierer und Drucker sind Beispiele solcher Bilderzeugungsvorrichtungen.

[0003] Bilderzeugungsvorrichtungen, z. B. Kopierer und Drucker, haben in den letzten Jahren eine höhere Diversifizierung ihrer beabsichtigten Anwendungen und Einsatzumgebungen sowie einen Bedarf nach zusätzlichen Verbesserungen bei Geschwindigkeit, Bildqualität und Stabilität erfahren. Zum Beispiel sind Drucker, die zuvor hauptsächlich in Büroumgebungen verwendet wurden, auch in harten Umgebungen in Einsatz gebracht worden, und die Erzeugung stabiler Bilder auch unter diesen Umständen ist entscheidend geworden.

[0004] Kopierer und Drucker unterliegen auch einer Einrichtungsverkleinerung und Steigerungen der Energieeffizienz, und in diesem Kontext werden vorzugsweise magnetische Einkomponenten-Entwicklungssysteme verwendet, die einen günstigen magnetischen Toner nutzen.

[0005] In einem magnetischen Einkomponenten-Entwicklungssystem erfolgt die Entwicklung, indem ein magnetischer Toner unter Verwendung eines Toner tragenden Bauteils (unten als Entwicklungshülse bezeichnet), das in seinem Inneren Mittel zum Erzeugen eines Magnetfelds, z. B. eine Magnetwalze, aufweist, in die Entwicklungszone transportiert wird. Außerdem wird dem magnetischen Toner hauptsächlich durch triboelektrisches Laden, zu dem es durch ein Reiben zwischen dem magnetischen Toner und einem für triboelektrische Ladung sorgenden Bauteil, z. B. der Entwicklungshülse, kommt, Ladung verliehen. Die Größe der Entwicklungshülse zu reduzieren ist eine wichtige Technologie, insbesondere von dem Standpunkt, die Größe der Einrichtung zu reduzieren.

[0006] Wenn zum Beispiel die Abdeckung des magnetischen Toners durch einen externen Zusatzstoff unzureichend ist oder der magnetische Toner in einer harten Umgebung, z. B. einer Umgebung hoher Temperatur und hoher Feuchtigkeit (im Folgenden bezieht sich eine harte Umgebung auf Bedingungen von 40°C und 95% RH) verwendet wird, kann es sein, dass sein triboelektrisches Laden nicht gleichmäßig voranschreitet und dass das Laden des magnetischen Toners dann ungleichmäßig werden kann.

[0007] Infolgedessen kann ein Phänomen auftreten, bei dem nur ein Teil des magnetischen Toners übermäßig geladen wird, eine sogenannte Aufladung, und dann verschiedene Bildfehler auftreten können.

[0008] Insbesondere dann, wenn die Entwicklungshülse wie oben angegeben verkleinert worden ist, ist die Entwicklungszone des Entwicklungsspaltbereichs verengt, und der Flug des magnetischen Toners von der Entwicklungshülse wird erschwert. Folglich neigt ein Teil des magnetischen Toners dazu, auf der Entwicklungshülse zu bleiben, und eine Tendenz zu größerer Ladeinstabilität setzt ein.

[0009] Zum Beispiel kann eine Reduktion der Bilddichte auftreten, wenn aufgeladener Toner auf der Entwicklungshülse bleibt, während in den bildfreien Bereichen ein Bildfehler wie Schleierbildung hervorgerufen werden kann, wenn die Tonerladung ungleichmäßig ist. Wenn der Toner verwendet wird, nachdem er eine Weile in einer harten Umgebung gestanden ist, verschlimmert sich darüber hinaus aufgrund des Drucks auf den Toner im Entwicklerbehälter das aggregierende Verhalten, das der Toner zeigt. Außerdem ist ein Phänomen aufge-

treten, bei dem nur ein Teil des magnetischen Toners auf der Entwicklungshülse einem übermäßigen Laden unterliegt, und es ist ein Phänomen reduzierter Dichte erzeugt worden.

[0010] Als Antwort auf diese Probleme sind zahlreiche Techniken vorgeschlagen worden, bei denen durch die Zugabe von Strontiumtitanat - als einem externen Zusatzstoff, der dem magnetischen Toner Abriebfähigkeit verleiht, um einen Verbleib des Toners an der Entwicklungshülse zu verhindern, und als ein Mittel, das das Ladevermögen während der Entwicklung und Übertragung entspannt, um eine Aufladung zu verhindern - eine Stabilisierung der Änderungen beim Entwicklungsvermögen und Übertragungsvermögen, die Umweltschwankungen begleiten, herbeigeführt wird.

[0011] Zum Beispiel wird im Patentdokument 1 der Versuch unternommen, die Änderung beim Ladevermögen, die Umweltschwankungen begleitet, zu senken, wobei dies mittels Zugabe eines komplexen Oxids geschieht, das aus Strontiumtitanat, Strontiumcarbonat oder Titansäure besteht, da dies dem magnetischen Toner Abriebfähigkeit verleihen kann.

[0012] Tatsächlich wird unter bestimmten vorgeschriebenen Bedingungen eine bestimmte Wirkung auf Bildprobleme wie z. B. Ladewalzenkontaminierung aufgrund fehlerhaften Reinigens erzielt. Allerdings werden insbesondere die Fließfähigkeit und das aggregierende Verhalten unmittelbar nach dem Stehen in einer harten Umgebung höherer Temperatur und höherer Feuchtigkeit nicht ausreichend angesprochen, und es besteht noch Bedarf für Verbesserungen hinsichtlich der geringeren Anfangsdichte nach dem Stehen in einer harten Umgebung. Es gibt Raum für Verbesserungen dieser Probleme, insbesondere wenn eine Entwicklungshülse kleinen Durchmessers eingebaut wird, da die Aggregation des magnetischen Toners auf der Entwicklungshülse dazu führt, dass sich das Entwicklungsvermögen verschlechtert.

[0013] In dem Patentdokument 2 ist ein Toner offenbart, dessen Aufladung mittels einer Senkung der Anzahl von Toner-zu-Toner-Kontakten verhindert wird, wobei dies durch die Zugabe eines Strontiumtitanats erreicht wird, dessen volumetrische Partikelgrößenverteilung auf der Seite großer Partikeldurchmesser bei 300 nm oder oberhalb eine Schulter hat.

[0014] Diese Steuerung des Strontiumtitanatpartikeldurchmessers sorgt tatsächlich unter bestimmten vorgeschriebenen Bedingungen für eine bestimmte Wirkung auf die Entwicklungseigenschaften, z. B. auf Hülsen-geisterbilder aufgrund von Ladefehlern. Allerdings wird das Problem einer Aufladung, die durch die Ablösung von Strontiumtitanatpartikel großen Durchmessers erzeugt wird, nicht ausreichend angesprochen, und es gibt Raum für Verbesserungen dieser Probleme, insbesondere wenn eine Entwicklungshülse kleinen Durchmessers eingebaut wird, da die Entwicklungszone dann eng ist und der aufgeladene Toner nur unter Schwierigkeiten eine Entwicklung erfährt.

[0015] In dem Patentdokument 3 ist ein Toner offenbart, der neben Strontiumtitanat als externen Zusatzstoff hydrophobes Siliziumoxid aufweist.

[0016] In dem Patentdokument 4 ist ein Toner offenbart, der anorganische Mischoxid-Feinpartikel aus Strontiumtitanat, Strontiumcarbonat und Titanoxid umfasst.

[0017] Um die mit externen Zusatzstoffen verbundenen Probleme zu lösen, sind andererseits Toner offenbart worden mit einem besonderen Schwerpunkt auf die Freisetzung der externen Zusatzstoffe (siehe Patentdokumente 5 und 6). Die Ladestabilität der magnetischen Toner wird auch in diesen Fällen nicht ausreichend angesprochen.

[0018] Darüber hinaus lehrt das Patentdokument 7 eine Stabilisierung der Entwicklerübertragungsschritte durch Steuern des Gesamtabdeckungsverhältnisses der Tonergrundpartikel durch die externen Zusatzstoffe, und für ein bestimmtes vorgeschriebenes Tonergrundpartikel wird tatsächlich eine bestimmte Wirkung erzielt, indem das durch Berechnung ermittelte theoretische Abdeckungsverhältnis gesteuert wird. Allerdings kann der tatsächliche Bindungszustand durch die externen Zusatzstoffe erheblich von dem Wert abweichen, der unter der Annahme berechnet wird, dass der Toner eine Kugel ist, und insbesondere für magnetische Toner hat sich das Erreichen der Wirkungen der Erfindung, ohne den tatsächlichen Zustand der externen Zusatzstoffbindung zu steuern, als absolut unbefriedigend herausgestellt.

- Zitierte Dokumente -

- Patentliteratur -

PTL 1: WO 2007 / 078 002 A1

PTL 2: JP 2005 - 234 257 A

PTL 3: US 2010 / 0 239 971 A1

PTL 4: US 7 855 042 B2

PTL 5: JP 2001 - 117 267 A

PTL 6: JP 3 812 890 B2

PTL 7: JP 2007 - 293 043 A

- Kurzdarstellung der Erfindung -

- Technische Probleme -

[0019] Aufgabe der Erfindung ist es, einen magnetischen Toner zur Verfügung zu stellen, der die oben angegebenen Probleme lösen kann.

[0020] Im Einzelnen ist es Aufgabe der Erfindung, einen magnetischen Toner zur Verfügung zu stellen, der verhindern kann, dass im Anfangsbild unmittelbar nach dem Stehen in einer harten Umgebung Schleierbildung und Dichtenreduktion auftreten.

- Lösung des Problems -

[0021] Die Erfinder haben entdeckt, dass die oben angegebenen Probleme erstmals gelöst werden können, indem ein Zusammenhang zwischen dem Abdeckungsverhältnis der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel durch die anorganischen Feinpartikel und dem Abdeckungsverhältnis durch die anorganischen Feinpartikel, die an der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel fixiert sind, festgelegt wird, indem der Gehalt der Strontiumtitanat-Feinpartikel bezogen auf den magnetischen Toner eingestellt wird, indem der Partikeldurchmesser der Strontiumtitanat-Feinpartikel und die Freisetzungsrates der Strontiumtitanat-Feinpartikel in einem Magnetfeld festgelegt werden und indem die Partikeldurchmesserverteilung des magnetischen Toners gesteuert wird. Die Erfindung wurde beruhend auf dieser Entdeckung erreicht.

[0022] Die Erfindung stellt einen magnetischen Toner zur Verfügung, der die Merkmale des Patentanspruchs 1 hat.

- Vorteilhafte Wirkungen der Erfindung -

[0023] Die Erfindung kann einen magnetischen Toner zur Verfügung stellen, der verhindern kann, dass in dem Anfangsbild nach dem Stehen in einer harten Umgebung Schleierbildung und Dichtenreduktion auftreten.

Figurenliste

Fig. 1 ist eine Darstellung, die ein Beispiel des Zusammenhangs zwischen der Anzahl an Teilen Siliziumoxidzugabe und dem Abdeckungsverhältnis ist;

Fig. 2 ist eine Darstellung, die ein Beispiel des Zusammenhangs zwischen der Anzahl an Teilen Siliziumoxidzugabe und dem Abdeckungsverhältnis ist;

Fig. 3 ist eine Darstellung, die ein Beispiel des Zusammenhangs zwischen dem Abdeckungsverhältnis und dem statischen Reibungskoeffizienten zeigt;

Fig. 4 ist eine Darstellung, die ein Beispiel einer Bilderzeugungsvorrichtung zeigt;

Fig. 5 ist eine schematische Darstellung, die ein Beispiel einer Mischprozessvorrichtung zeigt, die für die externe Zugabe und das Mischen anorganischer Feinpartikel verwendet werden kann;

Fig. 6 ist eine schematische Darstellung, die ein Beispiel des Aufbaus eines Rührbauteils zeigt, das in der Mischprozessvorrichtung verwendet wird; und

Fig. 7 ist eine Darstellung, die ein Beispiel des Zusammenhangs zwischen der Ultraschall dispergierungsdauer und dem Abdeckungsverhältnis zeigt.

- Beschreibung von Ausführungsbeispielen -

[0024] Die Erfindung wird unten ausführlich beschrieben.

[0025] Der erfindungsgemäße magnetische Toner ist ein magnetischer Toner, der magnetische Tonerpartikel, die ein Bindemittelharz und einen magnetischen Körper enthalten, und anorganische Feinpartikel umfasst, die auf der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel vorhanden sind, wobei die auf der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel vorhandenen anorganischen Feinpartikel Strontiumtitanat-Feinpartikel und Metalloxid-Feinpartikel umfassen, die Metalloxid-Feinpartikel Siliziumoxid-Feinpartikel enthalten und optional Titanoxid-Feinpartikel und Aluminiumoxid-Feinpartikel enthalten und ein Gehalt der Siliziumoxid-Feinpartikel bezogen auf eine Gesamtmasse der Siliziumoxid-Feinpartikel, der Titanoxid-Feinpartikel und der Aluminiumoxid-Feinpartikel mindestens 85 Masse% beträgt, wobei wenn ein Abdeckungsverhältnis A (%) ein Abdeckungsverhältnis der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel durch die anorganischen Feinpartikel ist und ein Abdeckungsverhältnis B (%) ein Abdeckungsverhältnis der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel durch die anorganischen Feinpartikel ist, die auf der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel fixiert sind, der magnetische Toner ein Abdeckungsverhältnis A von mindestens 45,0% und nicht mehr als 70,0% und ein Verhältnis [Abdeckungsverhältnis B/Abdeckungsverhältnis A] des Abdeckungsverhältnisses B zum Abdeckungsverhältnis A von mindestens 0,50 bis nicht mehr als 0,85 hat, der Gehalt der Strontiumtitanat-Feinpartikel in Bezug auf die Gesamtmenge des magnetischen Toners ausgedrückt mindestens 0,1 Masse% bis nicht mehr als 3,0 Masse% beträgt, der zahlengemittelte Partikeldurchmesser (D1) der Strontiumtitanat-Feinpartikel mindestens 60 nm bis nicht mehr als 300 nm beträgt, in einem magnetischen Trennversuch während der Aufbringung einer negativen Spannung die Freisetzungsrate für die Strontiumtitanat-Feinpartikel mindestens 10% beträgt und das Verhältnis [D4/D1] des gewichtsgemittelten Partikeldurchmessers (D4) zum zahlengemittelten Partikeldurchmesser (D1) für den magnetischen Toner nicht mehr als 1,30 beträgt.

[0026] Entsprechend den Untersuchungen der Erfinder kann die Verwendung des oben beschriebenen magnetischen Toners sogar für das Anfangsbild nach dem Stehen in einer harten Umgebung verhindern, dass Schleierbildung und Dichtenreduktion auftreten. Dabei wird davon ausgegangen, dass das Auftreten von Schleierbildung und Dichtenreduktion in dem Anfangsbild nach dem Stehen in einer harten Umgebung die folgenden Ursachen haben.

[0027] Aufgrund der Feuchtigkeit und Temperatur werden in dem magnetischen Toner während des Stehens in einer harten Umgebung leicht Aggregate erzeugt. Als Folge dessen endet dies damit, dass die Fließfähigkeit des magnetischen Toners auf der Entwicklungshülse und innerhalb des Entwicklerbehälters abnimmt. Wenn in diesem Zustand ein Drucken erfolgt, nehmen die magnetischen Toneraggregate nur unter Schwierigkeiten an der Entwicklung teil und werden infolgedessen mehrmals in dem Spaltbereich zwischen der Entwicklungshülse und der Entwicklungsklinge gerieben. Die Aggregate auf der Entwicklungshülse, die durch das Reiben aufgeladen worden sind, wehren sich dagegen, an der Entwicklung teilzunehmen, was dazu führt, dass eine Reduktion der Dichte auftritt. Wenn die Ladeeigenschaften auf der Entwicklungshülse aufgrund der geringeren Fließfähigkeit auf der Entwicklungshülse und innerhalb des Entwicklerbehälters ungleichmäßig werden, wird außerdem in den Spikes, die sich zu dem ein elektrostatisches Latentbild tragenden Bauteil erheben, ein Schwankung erzeugt, was wiederum dazu führt, dass eine Reduktion der Dichte auftritt.

[0028] Darüber hinaus fliegen die aggregierten Feinpartikel, die aufgrund der geringeren Fließfähigkeit innerhalb des Entwicklerbehälters erzeugt werden, leicht zu bildfreien Bereichen hinüber, weshalb dann eine Neigung zur Schleierbildung auftritt.

[0029] Und zwar tritt, wenn die Fließfähigkeit des magnetischen Toners innerhalb des Entwicklerbehälters und an der Entwicklungshülse verringert ist, eine große Schwankung beim Flaum und beim Ladevermögen auf der Entwicklungshülse auf, und folglich werden in dem Anfangsbild nach dem Stehen in einer harten Umgebung leicht eine Schleierbildung und Dichtenreduktion erzeugt.

[0030] Wenn überdies eine Entwicklungshülse kleinen Durchmessers verwendet wird, um die Größe der Maschine zu reduzieren, zeigt die Entwicklungshülse eine große Krümmung und die Entwicklungszone in dem Entwicklungsspaltbereich ist dann eng, was den Flug des magnetischen Toners von der Entwicklungshülse zu dem ein elektrostatisches Latentbild tragenden Bauteil beeinträchtigt und daher einen Rückgang der Dichte unterstützt.

[0031] Somit haben das Steigern der Fließfähigkeit des magnetischen Toners und das Unterdrücken einer Schwankung des Ladevermögens des magnetischen Toners, der zu dem ein elektrostatisches Latentbild tragenden Bauteil fliegt, die Wirkung, die Dichtenreduktion in dem Anfangsbild nach dem Stehen in einer harten Umgebung zu verhindern. Zahlreiche Vorschläge sind bereits bezüglich einer Technologie zum Steigern der Fließfähigkeit und einer Technologie zum Reduzieren der Schwankung des Ladevermögens auf der Entwicklungshülse gemacht worden, doch sind diese Technologien bezüglich des Verhinderns der Dichtenreduktion im Anfangsbild nach dem Stehen in einer harten Umgebung unzureichend gewesen. Es ist insbesondere dann nicht möglich gewesen, eine zufriedenstellende Verhinderung der Dichtenreduktion und der Schleierbildung zu erzielen, wenn die Bildausgabe unter Verwendung einer Maschine, die mit einer Entwicklungshülse kleinen Durchmessers ausgestattet war, nach dem Stehen in einer harten Umgebung erfolgt ist.

[0032] Infolge ihrer Untersuchungen haben die Erfinder festgestellt, dass die Fließfähigkeit des magnetischen Toners gesteigert werden kann, indem ein magnetischer Toner mit einer engen Partikeldurchmesserverteilung in einen besonderen externen Zugabezustand gebracht wird, und dass durch eine vernünftige externe Zugabe der Strontiumtitanat-Feinpartikel ein Trennladen durch die Strontiumtitanat-Feinpartikel gefördert wird, wenn der magnetische Toner zu dem ein elektrostatisches Latentbild tragenden Bauteil fliegt. Das Ergebnis dessen war die Entdeckung, dass das einer Vorspannung folgende Verhalten des magnetischen Toners gesteigert werden konnte und die Dichtenreduktion in dem Anfangsbild nach dem Stehen in einer harten Umgebung verhindert werden konnte.

[0033] Es ist für den erfindungsgemäßen magnetischen Toner entscheidend, dass

- (1) auf der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel Strontiumtitanat-Feinpartikel vorhanden sind und der Gehalt dieser Strontiumtitanat-Feinpartikel in Bezug auf die Gesamtmenge des magnetischen Toners ausgedrückt mindestens 0,1 Masse% bis nicht mehr als 3,0 Masse% beträgt;
- (2) der zahlengemittelte Partikeldurchmesser (D1) der Strontiumtitanat-Feinpartikel mindestens 60 nm bis nicht mehr als 300 nm beträgt;
- (3) in einem magnetischen Trennversuch während der Aufbringung einer negativen Spannung die Freisetzungsrates für die Strontiumtitanat-Feinpartikel mindestens 10% beträgt; und
- (4) das Verhältnis $[D4/D1]$ des gewichtsgemittelten Partikeldurchmessers (D4) zum zahlengemittelten Partikeldurchmesser (D1) für den magnetischen Toner nicht mehr als 1,30 beträgt.

[0034] Die Autoren glauben, dass die Strontiumtitanat-Feinpartikel zum vorgeschriebenen Freisetzungverhalten durch Einstellungen gesteuert werden können, die auf zum Beispiel dem Gehalt der Strontiumtitanat-Feinpartikel und dem Anlagerungszustand durch die Strontiumtitanat-Feinpartikel an den magnetischen Tonerpartikel beruhen.

[0035] Zunächst kann die Anlagerung der Strontiumtitanat-Feinpartikel an den magnetischen Tonerpartikeln in der für das Trennladen in der Entwicklungszone erforderlichen Menge herbeigeführt werden, indem der Gehalt an Strontiumtitanat-Feinpartikel in Bezug auf die Gesamtmenge des magnetischen Toners ausgedrückt auf mindestens 0,1 Masse% bis nicht mehr als 3,0 Masse% gebracht wird. Wenn der Gehalt an Strontiumtitanat-Feinpartikel weniger als 0,1 Masse% beträgt, fehlt aufgrund der geringen Menge Strontiumtitanat-Feinpartikeln das Trennladen in der Entwicklungszone fast vollständig. Wenn der Gehalt an Strontiumtitanat-Feinpartikel andererseits mehr als 3,0 Masse% beträgt, findet das Trennladen aufgrund des Überschusses an Strontiumtitanat-Feinpartikeln, die am magnetischen Toner angelagert sind, im Entwicklerbehälter statt.

[0036] Die Freisetzungsrates für die Strontiumtitanat-Feinpartikel in einem magnetischen Trennversuch während der Aufbringung einer negativen Spannung beträgt dann mindestens 10% und vorzugsweise mindestens 15% bis nicht mehr als 30%.

[0037] Um in einem magnetischen Trennversuch während der Aufbringung einer negativen Spannung die Freisetzungsrates an Strontiumtitanat-Feinpartikeln, die einen zahlengemittelten Partikeldurchmesser (D1) von mindestens 60 nm bis nicht mehr als 300 nm haben, zu erhöhen, ist es auch ausschlaggebend, dass die Stron-

tiumtitanat-Feinpartikel in einem besonderen Zustand externer Zugabe angelagert werden. Und zwar ist es ausschlaggebend, dass die Strontiumtitanat-Feinpartikel an der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel, auf der mindestens eine Art Metalloxid-Feinpartikel vorhanden ist, die aus der aus Siliziumoxid-Feinpartikeln, Titanoxid-Feinpartikeln und Aluminiumoxid-Feinpartikeln bestehenden Gruppe gewählt ist, leicht in einem aufgelockerten Zustand angelagert werden. Feine Strontiumtitanatpartikel mit einem kleinen Partikeldurchmesser sind stark aggregierend. Andererseits wird die Freisetzung vom magnetischen Toner durch physikalische Kraft erschwert, wenn ein aufgelockertes Zustand vorliegt. Wenn die Strontiumtitanat-Feinpartikel zu den magnetischen Tonerpartikeln extern unter Verwendung einer schwachen Kraft zugegeben werden, erfahren deswegen Aggregate der Strontiumtitanat-Feinpartikel eine externe Zugabe, ohne aufgelockert zu werden. Die aggregierten Strontiumtitanat-Feinpartikel werden durch physikalische Kraft leicht freigesetzt, und dann tritt in dem Entwicklerbehälter ein Trennladen auf. Wenn die Strontiumtitanat-Feinpartikel zu den magnetischen Tonerpartikeln unter Verwendung einer starken Kraft extern zugegeben werden, werden die Aggregate der Strontiumtitanat-Feinpartikel andererseits aufgelockert, doch endet das damit, dass es zu einer Einbettung in der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel kommt. Deswegen findet in der Entwicklungszone kein Trennladen statt. Dementsprechend können die Strontiumtitanat-Feinpartikel an der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel leicht in einem aufgelockerten Zustand angebracht werden, wenn unter Verwendung einer starken Kraft eine externe Zugabe der Strontiumtitanat-Feinpartikel erfolgt, nachdem die Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel mit z. B. Siliziumoxid-Feinpartikeln überzogen worden ist. Indem die Strontiumtitanat-Feinpartikel in einem aufgelockerten Zustand mit einem geringen Einbettungsgrad der Strontiumtitanat-Feinpartikel angelagert werden, findet in dem Entwicklerbehälter kein durch physikalische Kraft induziertes Trennladen statt, während in der Entwicklungszone ein durch elektrische Kraft induziertes Trennladen stattfindet.

[0038] Wenn die Strontiumtitanat-Feinpartikel in einem magnetischen Trennversuch unter der Aufbringung einer negativen Spannung eine große Freisetzungsrates haben, zeigen die Strontiumtitanat-Feinpartikel auch in der Entwicklungszone eine große Ablöserate. Wenn die Freisetzungsrates in dem magnetischen Trennversuch unter der Aufbringung einer negativen Spannung groß ist und im Bereich der Erfindung liegt, deutet sich somit an, dass die Strontiumtitanat-Feinpartikel in der Entwicklungszone eine Ablösung erfahren und dass dort ein Trennladen stattfinden wird. Wenn dieses Trennladen stattfindet, unternimmt der magnetische Toner in der Entwicklungszone in Übereinstimmung mit dem Latentbild einen Flug und es kann eine geringere Bildichte verhindert werden.

[0039] Wenn man das Abdeckungsverhältnis A (%) das Abdeckungsverhältnis der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel durch die anorganischen Feinpartikel sein lässt und das Abdeckungsverhältnis B (%) das Abdeckungsverhältnis durch die anorganischen Feinpartikeln sein lässt, die an der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel fixiert sind, ist es darüber hinaus für den erfindungsgemäßen Toner entscheidend, dass das Abdeckungsverhältnis A mindestens 45,0% und nicht mehr als 70,0% beträgt und dass das Verhältnis [Abdeckungsverhältnis B/Abdeckungsverhältnis A, unten auch einfach als B/A bezeichnet] des Abdeckungsverhältnisses B zum Abdeckungsverhältnis A mindestens 0,50 und nicht mehr als 0,85 beträgt.

[0040] Das Abdeckungsverhältnis A beträgt vorzugsweise mindestens 45,0% und nicht mehr als 65,0%, und B/A beträgt vorzugsweise mindestens 0,55 und nicht mehr als 0,80.

[0041] Erfüllen das Abdeckungsverhältnis A und B/A die oben angegebenen Bereiche, ist es möglich, sich von einer „Spike-Entwicklung“, bei der der magnetische Tonerflaum auf der Entwicklungshülse als solches eine Entwicklung erfährt, im Wesentlichen einer „Wolkenentwicklung“ zu nähern, bei der die einzelnen Tonerpartikel diskret eine Entwicklung erfahren.

[0042] Als Grund dafür wird Folgendes angenommen.

[0043] Bei einer Entwicklung, die einen magnetischen Toner verwendet, gelangt der magnetische Toner, der durch die Entwicklungshülse transportiert wird, in dem Kontaktbereich zwischen der Entwicklungsklinge und der Entwicklungshülse mit der Entwicklungsklinge und der Entwicklungshülse in Kontakt und er wird zu diesem Zeitpunkt durch Reibung geladen. Folglich wird der magnetische Toner, wenn er auf der Entwicklungshülse bleibt, ohne eine Entwicklung zu erfahren, wiederholt Reibung ausgesetzt, und letztlich wird eine Schwankung des Ladevermögens erzeugt.

[0044] Da das Abdeckungsverhältnis A der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel durch die anorganischen Feinpartikel jedoch bei dem erfindungsgemäßen magnetischen Toner einen hohen Wert von mindestens 45,0% hat, sind die Van-der-Waals-Kräfte und elektrostatischen Kräfte mit den Kontaktbauteilen gering und die Fähigkeit des magnetischen Toners, auf der Entwicklungsklinge oder in der Umgebung der Entwicklungshülse

zu bleiben, wird unterdrückt. Die anorganischen Feinpartikel müssen in großen Mengen zugegeben werden, um das Abdeckungsverhältnis A auf über 70,0% zu bringen, doch auch wenn ein externes Zugabeverfahren hierfür entwickelt werden könnte, würden dann durch die freigesetzten anorganischen Feinpartikel Bildfehler (vertikale Striche) herbeigeführt werden und dies wäre daher ungünstig.

[0045] Das Abdeckungsverhältnis A, das Abdeckungsverhältnis B und das Verhältnis [B/A] des Abdeckungsverhältnisses B zum Abdeckungsverhältnis A können durch die unten beschriebenen Verfahren bestimmt werden.

[0046] Das bei der Erfindung verwendete Abdeckungsverhältnis A ist ein Abdeckungsverhältnis, das auch die leicht freisetzbaren anorganischen Feinpartikel einschließt, während das Abdeckungsverhältnis B das Abdeckungsverhältnis aufgrund der anorganischen Feinpartikel ist, die an der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel fixiert sind und daher nicht beim unten beschriebenen Freisetzungsvorgang freigesetzt werden. Man nimmt an, dass die durch das Abdeckungsverhältnis B repräsentierten anorganischen Feinpartikel in der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel in einem halb eingebetteten Zustand fixiert sind und daher auch dann keine Verlagerung erfahren, wenn der magnetische Toner auf der Entwicklungshülse oder auf dem ein elektrostatisches Latentbild tragenden Bauteil Scherung erfährt.

[0047] Die durch das Abdeckungsverhältnis A repräsentierten anorganischen Feinpartikel schließen andererseits die oben beschriebenen fixierten anorganischen Feinpartikel wie auch die anorganischen Feinpartikel ein, die in der Decklage vorhanden sind und einen verhältnismäßig hohen Freiheitsgrad haben.

[0048] Wie oben erwähnt wurde, nimmt man an, dass die anorganischen Feinpartikel, die zwischen den magnetischen Tonerpartikeln und zwischen dem magnetischen Toner und den verschiedenen Bauteilen vorhanden sein können, daran beteiligt sind, die Wirkung verringerter Van-der-Waals-Kräfte und verringerter elektrostatischer Kräfte herbeizuführen, und dass in Bezug auf diese Wirkung ein hohes Abdeckungsverhältnis A besonders entscheidend ist.

[0049] Die Van-der-Waals-Kraft (F), die zwischen einer flachen Platte und einem Partikel erzeugt wird, wird zunächst durch die folgende Gleichung dargestellt.

$$F = H \times D / (12Z^2)$$

[0050] Dabei ist H die Hamaker-Konstante, D ist der Durchmesser des Partikels, und Z ist der Abstand zwischen dem Partikel und der flachen Platte.

[0051] Bezüglich Z herrscht die allgemeine Auffassung, dass bei großen Abständen eine anziehende Kraft arbeitet und bei sehr kleinen Abständen eine abstoßende Kraft arbeitet, und Z wird als eine Konstante behandelt, da sie nichts mit dem Zustand der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel zu tun hat.

[0052] Gemäß der oben stehenden Gleichung ist die Van-der-Waals-Kraft (F) proportional zum Durchmesser des mit der flachen Platte in Kontakt stehenden Partikels. Wenn diese auf die Oberfläche des magnetischen Toners aufgebracht wird, ist die Van-der-Waals-Kraft (F) für ein mit der flachen Platte in Kontakt stehendes anorganisches Feinpartikel mit seiner kleineren Partikelgröße kleiner als für ein mit der flachen Platte in Kontakt stehendes magnetisches Tonerpartikel. Und zwar ist die Van-der-Waals-Kraft für den Fall eines Kontakts durch das Zwischentreten der als eine externe Zugabe vorgesehenen anorganischen Feinpartikel kleiner als für den Fall eines direkten Kontakts zwischen dem magnetischen Tonerpartikel und der Entwicklungshülse oder Entwicklungsklinge.

[0053] Überdies kann die elektrostatische Kraft als eine Reflexionskraft angesehen werden. Es ist bekannt, dass eine Reflexionskraft direkt proportional zum Quadrat der Partikelladung (q) und umgekehrt proportional zum Quadrat des Abstands ist.

[0054] Im Fall des Ladens eines magnetischen Toners ist es die Oberfläche des magnetischen Tonerpartikels und nicht der anorganischen Feinpartikel, die die Ladung trägt. Deswegen nimmt die Reflexionskraft mit wachsendem Abstand zwischen der Oberfläche des magnetischen Tonerpartikels und der flachen Platte (hier der Entwicklungshülse oder Entwicklungsklinge) ab.

[0055] Und zwar wird, wenn das magnetische Tonerpartikel im Fall der Oberfläche des magnetischen Toners durch das Zwischentreten der anorganischen Feinpartikel mit der flachen Platte in Kontakt kommt, zwischen der flachen Platte und der Oberfläche des magnetischen Tonerpartikels ein Abstand eingerichtet und infolgedessen verringert sich die Reflexionskraft.

[0056] Wie vorstehend beschrieben wurde, werden die zwischen dem magnetischen Toner und der Entwicklungshülse oder Entwicklungsklinge erzeugte Van-der-Waals-Kraft und Reflexionskraft verringert, wenn man dafür sorgt, dass an der Oberfläche des magnetischen Tonerpartikels anorganische Feinpartikel vorhanden sind und der magnetische Toner mit den dazwischen befindlichen anorganischen Feinpartikeln mit der Entwicklungshülse oder Entwicklungsklinge in Kontakt kommt. Und zwar wird die Anlagerungskraft zwischen dem magnetischen Toner und der Entwicklungshülse oder Entwicklungsklinge verringert.

[0057] Ob das magnetische Tonerpartikel die Entwicklungshülse oder Entwicklungsklinge direkt berührt oder sich damit durch das Zwischentreten der anorganischen Feinpartikel in Kontakt befindet, hängt von der Menge anorganischer Feinpartikel ab, die die Oberfläche des magnetischen Tonerpartikels überzieht, d. h. von dem Abdeckungsverhältnis durch die anorganischen Feinpartikel.

[0058] Man nimmt an, dass sich die Gelegenheit für einen direkten Kontakt zwischen dem magnetischen Tonerpartikel und der Entwicklungshülse oder Entwicklungsklinge bei einem hohen Abdeckungsverhältnis durch die anorganischen Feinpartikel verringert, was es dem magnetischen Toner erschwert, an der Entwicklungshülse oder Entwicklungsklinge festzukleben. Andererseits klebt der magnetische Toner bei einem geringen Abdeckungsverhältnis durch die anorganischen Feinpartikel leicht an der Entwicklungshülse oder Entwicklungsklinge an und tendiert dazu, auf der Entwicklungsklinge oder in der Umgebung der Entwicklungshülse zu bleiben.

[0059] Bezogen auf das Abdeckungsverhältnis durch die anorganischen Feinpartikel kann - unter Verwendung der Gleichung, die in zum Beispiel dem Patentedokument 5 beschrieben ist - ein theoretisches Abdeckungsverhältnis unter der Annahme dessen herausgearbeitet werden, dass die anorganischen Feinpartikel und der magnetische Toner eine Kugelform haben. Allerdings gibt es auch viele Fälle, in denen die anorganischen Feinpartikel und/oder der magnetische Toner keine Kugelform haben/hat, und außerdem können die anorganischen Feinpartikel auf der Tonerpartikeloberfläche auch in einem aggregierten Zustand vorhanden sein. Folglich betrifft das theoretische Abdeckungsverhältnis, das unter Verwendung der angegebenen Technik hergeleitet wird, nicht die Erfindung.

[0060] Die Erfinder nahmen daher eine Untersuchung der Oberfläche des magnetischen Toners mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM) vor und bestimmten das Abdeckungsverhältnis für die tatsächliche Abdeckung der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel durch die anorganischen Feinpartikel.

[0061] Als ein Beispiel wurden das theoretische Abdeckungsverhältnis und das tatsächliche Abdeckungsverhältnis für Gemische bestimmt, die hergestellt wurden, indem verschiedene Mengen Siliziumoxid-Feinpartikel (Anzahl an Teilen Siliziumoxidzugabe zu 100 Masseteilen magnetischer Tonerpartikel) zu magnetischen Tonerpartikeln (Gehalt magnetischer Körper = 43,5 Masse%) zugegeben wurden, die durch ein Pulverisierungsverfahren zur Verfügung gestellt wurden und einen volumengemittelten Partikeldurchmesser (D_v) von 8,0 μm hatten (siehe **Fig. 1** und **Fig. 2**). Für die Siliziumoxid-Feinpartikel wurden Siliziumoxid-Feinpartikel mit einem volumengemittelten Partikeldurchmesser (D_v) von 15 nm verwendet. Für die Berechnung des theoretischen Abdeckungsverhältnisses wurde für die wahre spezifische Dichte der Siliziumoxid-Feinpartikel 2,2 g/cm^3 verwendet; für die wahre spezifische Dichte des magnetischen Toners wurde 1,65 g/cm^3 verwendet; und für die Siliziumoxid-Feinpartikel und die magnetischen Tonerpartikel wurden monodisperse Partikel mit einem Partikeldurchmesser von jeweils 15 nm und 8,0 μm angenommen.

[0062] Wie in **Fig. 1** gezeigt ist, beträgt das theoretische Abdeckungsverhältnis mehr als 100%, wenn die Zugabemenge der Siliziumoxid-Feinpartikel erhöht wird. Andererseits ändert sich das tatsächliche Abdeckungsverhältnis mit der Zugabemenge der Siliziumoxid-Feinpartikel nicht, sondern überschreitet 100% nicht. Das liegt daran, dass Siliziumoxid-Feinpartikel zu einem gewissen Grad als Aggregate auf der Oberfläche des magnetischen Toners vorhanden sind, oder an einer großen Wirkung aufgrund dessen, dass die Siliziumoxid-Feinpartikel nicht kugelförmig sind.

[0063] Überdies stellte sich entsprechend Untersuchungen der Erfinder heraus, dass sich das Abdeckungsverhältnis selbst bei gleicher Zugabemenge der Siliziumoxid-Feinpartikel mit der externen Zugabetechnik änderte. Und zwar ist es nicht möglich, das Abdeckungsverhältnis allein anhand der Zugabemenge der anorganischen Feinpartikel zu bestimmen (siehe **Fig. 2**). Dabei bezieht sich die externe Zugabebedingung A auf ein

Mischen bei 1,0 W/g für eine Verarbeitungsdauer von 5 Minuten unter Verwendung der in **Fig. 5** gezeigten Vorrichtung. Die externe Zugabebedingung B bezieht sich auf ein Mischen bei 4000 U/min für eine Verarbeitungsdauer von 2 Minuten unter Verwendung eines FM10C Henschel-Mischers (von Mitsui Miike Chemical Engineering Machinery Co., Ltd.).

[0064] Wegen der vorstehend angegebenen Gründe verwendeten die Erfinder das Abdeckungsverhältnis der anorganischen Feinpartikel, das durch REM-Untersuchung der Oberfläche des magnetischen Toners ermittelt wurde.

[0065] Wie bislang erläutert wurde, nimmt man außerdem an, dass die Anlagerungskraft an einem Bauteil verringert werden kann, wenn das Abdeckungsverhältnis durch die anorganischen Feinpartikel erhöht wird. Daher wurden bezüglich der Anlagerungskraft mit einem Bauteil und dem Abdeckungsverhältnis durch die anorganischen Feinpartikel Versuche durchgeführt.

[0066] Auf den Zusammenhang zwischen dem Abdeckungsverhältnis für den magnetischen Toner und die Anlagerungskraft mit einem Bauteil wurde indirekt geschlossen, indem mit unterschiedlichen Abdeckungsverhältnissen durch Siliziumoxid-Feinpartikel der statische Reibungskoeffizient zwischen einem Aluminiumsubstrat und kugelförmigen Polystyrolpartikeln gemessen wurde.

[0067] Im Einzelnen wurde der Zusammenhang zwischen dem Abdeckungsverhältnis und dem statischen Reibungskoeffizienten bestimmt, indem kugelförmige Polystyrolpartikel (gewichtsgemittelter Partikeldurchmesser (D_4) = 7,5 μm) verwendet wurden, die unterschiedliche Abdeckungsverhältnisse (ein durch REM-Untersuchung bestimmtes Abdeckungsverhältnis) durch Siliziumoxid-Feinpartikel hatten.

[0068] Genauer gesagt wurden kugelförmige Polystyrolpartikel, zu denen Siliziumoxid-Feinpartikel zugegeben worden waren, auf ein Aluminiumsubstrat gepresst. Das Substrat wurde nach links und rechts bewegt, während der Pressdruck geändert wurde, und der statische Reibungskoeffizient wurde anhand der sich ergebenden Spannung berechnet. Dies erfolgte für die kugelförmigen Polystyrolpartikel bei jedem unterschiedlichen Abdeckungsverhältnis, und der erzielte Zusammenhang zwischen dem Abdeckungsverhältnis und dem statischen Reibungskoeffizienten ist in **Fig. 3** gezeigt. Man nimmt an, dass der durch die vorstehende Technik ermittelte statische Reibungskoeffizient mit der Summe der Van-der-Waals- und Reflexionskräfte korreliert, die zwischen den kugelförmigen Polystyrolpartikeln und dem Substrat wirken. Wie aus **Fig. 3** hervorgeht, führt ein höheres Abdeckungsverhältnis durch die Siliziumoxid-Feinpartikel zu einem geringeren statischen Reibungskoeffizienten. Dies legt nahe, dass ein magnetischer Toner, der ein hohes Abdeckungsverhältnis durch anorganische Feinpartikel zeigt, ebenfalls eine geringe Anlagerungskraft für Bauteile hat.

[0069] Als die Erfinder beruhend auf diesen Ergebnissen intensive Untersuchungen durchführten, entdeckten sie, dass die Fließfähigkeit angehoben werden konnte, indem das Abdeckungsverhältnis durch die anorganischen Feinpartikel gesteuert wird. Überdies ist, wie oben beschrieben worden ist, die Verhinderung der Erzeugung aufgeladenen Toners für das Unterdrücken des Rückgangs der Bilddichte entscheidend. Infolge der Untersuchungen der Erfinder stellte sich heraus, dass die Fließfähigkeit angehoben werden kann und die Verhinderung der Erzeugung aufgeladenen Toners erheblich gesteigert werden kann, wenn man ein hohes Abdeckungsverhältnis A hat. Man nimmt an, dass dies an Folgendem liegt: Selbst wenn zu einem gewissen Grad ein stark anhaftender Toner vorhanden ist, der an der Entwicklungsklinge anlagern kann, wird die Anlagerungskraft zwischen dem magnetischen Toner und der Entwicklungsklinge vermutlich durch das hohe Abdeckungsverhältnis A so weit abgesenkt, dass die Fließfähigkeit des magnetischen Toners als Ganzes angehoben wird.

[0070] Dass B/A mindestens 0,50 bis nicht mehr als 0,85 beträgt, bedeutet, dass zu einem gewissen Grad anorganische Feinpartikel vorhanden sind, die an der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel fixiert sind, und dass außerdem auch in einer günstigen Menge anorganische Feinpartikel in einem leicht freisetzbaren Zustand (einem Zustand, der ein von dem magnetischen Tonerpartikel getrenntes Verhalten ermöglicht) vorhanden sind. Man nimmt an, dass durch die freisetzbaren anorganischen Feinpartikeln, die an den fixierten anorganischen Feinpartikel entlang gleiten, vermutlich eine lagerähnliche Wirkung erzeugt wird und dass die aggregierenden Kräfte zwischen den magnetischen Tonerpartikeln dann erheblich reduziert werden.

[0071] Entsprechend den Ergebnissen der Untersuchungen der Erfinder stellte sich heraus, dass diese Lagerwirkung und die oben beschriebene, die Anlagerungskraft verringernde Wirkung maximal erreicht werden, wenn die fixierten anorganischen Feinpartikel und die leicht freisetzbaren anorganischen Feinpartikel beide verhältnismäßig kleine anorganische Feinpartikel sind, die einen zahlengemittelten Primärpartikeldurchmesser

(D1) von ungefähr nicht mehr als 50 nm haben. Dementsprechend wurden das Abdeckungsverhältnis A und B berechnet, indem der Schwerpunkt auf die anorganischen Feinpartikel gelegt wurde, die einen zahlengemittelten Hauptpartikeldurchmesser (D1) von nicht mehr als 50 nm hatten.

[0072] Indem für den erfindungsgemäßen magnetischen Toner vorgeschriebene Bereiche für das Abdeckungsverhältnis A und für B/A eingestellt werden, kann die Anlagerungskraft zwischen dem magnetischen Toner und verschiedenen Bauteilen verringert werden und können die aggregierenden Kräfte zwischen den magnetischen Tonerpartikeln wesentlich verringert werden. In dem Schritt des Entwickelns des elektrostatischen Latentbilds mit dem magnetischen Toner können sich die magnetischen Tonerpartikel infolgedessen einzeln lösen und zu dem ein elektrostatisches Latentbild tragenden Bauteil herüberfliegen, und folglich wird im Fall des magnetischen Toners, der den oben beschriebenen externen Zugabezustand zeigt, zum ersten Mal eine Wolkenentwicklung möglich. Die Wolkenentwicklung kann leicht erzeugt werden und die Verringerung der Fließfähigkeit kann wesentlich verringert werden, insbesondere wenn die Entwicklungshülse im Zuge einer Verkleinerung mit einem kleinen Durchmesser versehen wird.

[0073] Bei der Erfindung beträgt der Variationskoeffizient für das Abdeckungsverhältnis A vorzugsweise nicht mehr als 10,0% und besser noch nicht mehr als 8,0%. Die Festlegung auf einen Variationskoeffizienten für das Abdeckungsverhältnis A von nicht mehr als 10,0% bedeutet, dass das Abdeckungsverhältnis A zwischen magnetischen Tonerpartikeln und innerhalb magnetischer Tonerpartikel sehr gleichmäßig ist. Wenn der Variationskoeffizient mehr als 10,0% beträgt, ist der Zustand der Abdeckung der Oberfläche des magnetischen Toners ungleichmäßig, was die Fähigkeit beeinträchtigt, die aggregierenden Kräfte zwischen den magnetischen Tonerpartikeln zu senken.

[0074] Es gibt keine besonderen Beschränkungen hinsichtlich der Technik, den Variationskoeffizienten auf 10,0% oder weniger zu bringen, doch wird die Verwendung der unten beschriebenen externen Zugabevorrichtung und Technik bevorzugt, die dazu imstande ist, über den Oberflächen der magnetischen Tonerpartikel einen hohen Grad an Ausbreitung der Metalloxid-Feinpartikel, z. B. der Siliziumoxid-Feinpartikel, herbeizuführen.

[0075] Es ist für den erfindungsgemäßen magnetischen Toner auch ausschlaggebend, dass das Verhältnis $[D4/D1]$ des gewichtsgemittelten Partikeldurchmessers (D4) zum zahlengemittelten Partikeldurchmesser (D1) nicht mehr als 1,30 beträgt. Nicht mehr als 1,26 wird bevorzugt. Die „Dichtenreduktion nach dem Stehen in einer harten Umgebung“ kann zum ersten Mal verhindert werden, wenn ein Zustand externer Zugabe geschaffen wird, in dem das Abdeckungsverhältnis A, B/A und die Freisetzungsrate der Strontiumtitanat-Feinpartikel bei magnetischen Tonerpartikeln, die die oben angegebene scharfe Partikeldurchmesserverteilung haben, vorgeschriebene Bereiche erfüllen.

[0076] Die Autoren nehmen als Gründe dafür Folgendes an.

[0077] Wenn ein magnetischer Toner unter anspruchsvollen Bedingungen wie einer harten Umgebung stehen gelassen wird, wandern das Trennmittel und niedermolekulare Komponenten in dem Bindemittelharz allmählich vom Inneren des magnetischen Toners nach außen, und dies steigert das aggregierende Verhalten des magnetischen Toners an der Entwicklungshülse und innerhalb des Entwicklerbehälters. Im Fall eines magnetischen Toners, der eine enge Partikeldurchmesserverteilung hat, berührt der magnetische Toner die Entwicklungshülse und benachbarten magnetischen Toner in gleichem Maße, und die während des Stehens in einer harten Atmosphäre erzeugten Aggregate sind dann klein. Folglich ist mit dem erfindungsgemäßen magnetischen Toner, der eine Partikeldurchmesserverteilung hat, die in den oben beschriebenen Bereich gesteuert wird, der Flaum auf der Entwicklungshülse selbst nach dem Stehen in einer harten Atmosphäre sowohl gleichmäßig als auch gering, was eine Wolkenentwicklung herbeiführt, bei der sich der magnetische Toner löst und zu dem ein elektrostatisches Latentbild tragenden Bauteil fliegt.

[0078] Außerdem erfahren die Strontiumtitanat-Feinpartikel im Fall eines magnetischen Toners mit einer engen Partikeldurchmesserverteilung leicht eine gleichmäßige Anlagerung an den magnetischen Tonerpartikeln, und folglich gibt es wenig Partikel-zu-Partikel-Schwankungen bei der Anhaftungsmenge der Strontiumtitanat-Feinpartikel. Dies macht wiederum die Menge Strontiumtitanat-Feinpartikeln für den magnetischen Toner, die von der Entwicklungshülse zu dem ein elektrostatisches Latentbild tragenden Bauteil fliegen, gleichmäßig und erzeugt aufgrund von Trennladen eine noch größere Unterdrückung von Schwankungen des Ladevermögens.

[0079] Man nimmt an, dass diese Steuerung des Abdeckungsverhältnisses A, von B/A, der Freisetzungsrate für die Strontiumtitanat-Feinpartikel und der Partikeldurchmesserverteilung in den oben angegebenen Bereichen es in dem Entwicklungsschritt ermöglicht, selbst nach dem Stehen in einer harten Umgebung die Erzeu-

gung einer Wolkenentwicklung und eines effizienten Trennladens zu erreichen und das der Vorspannung folgende Verhalten zu verbessern und somit Schleierbildung und Dichtenreduktion zu unterdrücken.

[0080] Das Bindemittelharz in dem magnetischen Toner kann bei der Erfindung zum Beispiel ein Vinylharz oder ein Polyesterharz sein, es ist aber nicht besonders eingeschränkt und es können die bislang bekannten Harze verwendet werden.

[0081] Im Einzelnen kann Polystyrol oder ein Styrolcopolymer, z. B. ein Styrol-Propylen-Copolymer, Styrol-Vinyltoluol-Copolymer, Styrol-Methylacrylat-Copolymer, Styrol-Ethylacrylat-Copolymer, Styrol-Butylacrylat-Copolymer, Styrol-Octylacrylat-Copolymer, Styrol-Methylmethacrylat-Copolymer, Styrol-Ethylmethacrylat-Copolymer, Styrol-Butylmethacrylat-Copolymer, Styrol-Octylmethacrylat-Copolymer, Styrol-Butadien-Copolymer, Styrol-Isopren-Copolymer, Styrol-Maleinsäure-Copolymer oder Styrol-Maleatester-Copolymer; sowie ein Polyacrylatester; Polymethacrylatester; Polyvinylacetat; und so weiter verwendet werden, und davon kann ein einziges oder eine Kombination einer Vielzahl von diesen verwendet werden. Darunter werden Styrolcopolymere und Polyesterharze unter dem Standpunkt von z. B. den Entwicklungseigenschaften und dem Fixiervermögen bevorzugt.

[0082] Die Glasübergangstemperatur (T_g) des erfindungsgemäßen magnetischen Toners beträgt vorzugsweise mindestens 40°C bis nicht mehr als 70°C . Wenn die Glasübergangstemperatur des magnetischen Toners mindestens 40°C bis nicht mehr als 70°C beträgt, können die Lagerstabilität und Haltbarkeit gesteigert werden, während ein günstiges Fixiervermögen beibehalten wird.

[0083] Zu dem erfindungsgemäßen magnetischen Toner wird vorzugsweise ein Ladungssteuerungsmittel zugegeben.

[0084] Überdies wird für die Erfindung ein negativ ladender Toner bevorzugt.

[0085] Als Lademittel zum negativen Laden sind organometallische Komplexverbindungen und Chelatverbindungen wirksam. Für diese können beispielhaft Monoazo-Metallkomplexverbindungen, Acetylaceton-Metallkomplexverbindungen; und Metallkomplexverbindungen aus aromatischen Hydroxycarbonsäuren und aromatischen Dicarbonsäuren genannt werden. Bestimmte Beispiele kommerziell erhältlicher Produkte sind Sylon Black (Markenname) TRH, T-77 und T-95 (Hodogaya Chemical Co., Ltd.) und BONTRON (eingetragene Marke) S-34, S-44, S-54, E-84, E-88 und E-89 (Orient Chemical Industries Co., Ltd.).

[0086] Es kann ein einzelnes dieser Ladesteuerungsmittel verwendet werden, oder es können zwei oder mehr in Kombination verwendet werden. Vom Standpunkt der Ladungsmenge des magnetischen Toners her gesehen werden diese Ladungssteuerungsmittel pro 100 Masseteilen des Bindemittelharzes ausgedrückt zu vorzugsweise 0,1 bis 10,0 Masseteilen und besser noch 0,1 bis 5,0 Masseteilen verwendet.

[0087] Falls erforderlich, kann der erfindungsgemäße magnetische Toner ein Trennmittel beinhalten, um das Fixiervermögen zu verbessern. Für dieses Trennmittel kann jedes bekannte Trennmittel verwendet werden. Bestimmte Beispiele sind Erdölwachse, z. B. Paraffinwachs, mikrokristallines Wachs und Vaseline und ihre Derivate; Montanwachse und ihre Derivate; durch das Fischer-Tropsch-Verfahren bereitgestellte Kohlenwasserstoffwachse und ihre Derivate; Polyolefinwachse, wie sie durch Polyethylen und Polypropylen verkörpert werden, und ihre Derivate; natürliche Wachse, z. B. Carnaubawachs und Candelillawachs, und ihre Derivate; und Esterwachse. Dabei schließen die Derivate oxidierte Produkte, Blockcopolymere mit Vinylmonomeren und Pfropfmodifikationen ein. Außerdem kann das Esterwachs ein monofunktionelles Esterwachs oder ein multifunktionelles Esterwachs, z. B. am ehesten ein bifunktionelles Esterwachs, aber auch ein tetrafunktionelles oder hexafunktionelles Esterwachs, sein.

[0088] Wenn in dem erfindungsgemäßen magnetischen Toner ein Trennmittel verwendet wird, beträgt sein Gehalt vorzugsweise mindestens 0,5 Masseteile bis nicht mehr als 10 Masseteile pro 100 Masseteilen des Bindemittelharzes. Wenn der Trennmittelgehalt in dem angegebenen Bereich liegt, wird das Fixiervermögen gesteigert, während die Lagerstabilität des magnetischen Toners nicht beeinträchtigt wird.

[0089] Das Trennmittel kann in dem Bindemittelharz durch zum Beispiel ein Verfahren eingebaut werden, in dem das Harz während der Harzherstellung in einem Lösungsmittel gelöst wird, die Temperatur der Harzlösung angehoben wird und während eines Rührens Zugabe und Mischen erfolgen, oder ein Verfahren, in dem die Zugabe während eines Schmelzknetens während der Herstellung des magnetischen Toners erfolgt.

[0090] Die Peaktemperatur (unten auch als Schmelzpunkt bezeichnet) des höchsten endothermen Peaks, der bei dem Trennmittel unter Verwendung eines dynamischen Differenzkalorimeters (DSC) gemessen wird, beträgt vorzugsweise mindestens 60°C und nicht mehr als 140°C und besser noch mindestens 70°C und nicht mehr als 130°C. Wenn die Peaktemperatur (Schmelzpunkt) des höchsten endothermen Peaks mindestens 60°C bis nicht mehr als 140°C beträgt, wird der magnetische Toner während des Fixierens leicht plastifiziert und das Fixiervermögen wird gesteigert. Dies wird auch deswegen bevorzugt, weil es auch während einer Langzeitlagerung gegen das Auftreten eines Herauswanderns des Trennmittels arbeitet.

[0091] Die Peaktemperatur des höchsten endothermen Peaks des Trennmittels wird bei der Erfindung beruhend auf ASTM D3418-82 unter Verwendung eines dynamischen Differenzkalorimeters „Q1000“ (Markenname) von TA Instruments, Inc. gemessen. Die Temperaturkorrektur in dem Instrumentenerkennungsabschnitt erfolgt unter Verwendung der Schmelzpunkte von Indium und Zink, während die Schmelzwärme von Indium verwendet wird, um die Wärmemenge zu korrigieren.

[0092] Im Einzelnen werden ungefähr 10 mg der Messprobe präzise abgewogen und diese werden in eine Aluminiumpfanne eingeführt. Unter Verwendung einer leeren Aluminiumpfanne als Bezug erfolgt die Messung im Messtemperaturbereich von 30 bis 200°C bei einer Temperaturanstiegsrate von 10°C/min. Für die Messung wird die Temperatur auf 200°C angehoben und dann mit 10°C/min auf 30°C fallen gelassen und danach erneut mit 10°C/min angehoben. Die Peaktemperatur des höchsten endothermen Peaks wird für das Trennmittel anhand der DSC-Kurve im Temperaturbereich von 30 bis 200°C für diesen zweiten Temperaturhochfahrschritt ermittelt.

[0093] Für den magnetischen Körper, der bei der Erfindung in dem magnetischen Toner vorhanden ist, können beispielhaft Eisenoxide wie Magnetit, Maghemit, Ferrit und so weiter; Metalle wie Eisen, Cobalt und Nickel; und Legierungen und Mischungen dieser Metalle mit Metallen wie Aluminium, Cobalt, Kupfer, Blei, Magnesium, Zinn, Zink, Antimon, Beryllium, Bismut, Cadmium, Calcium, Mangan, Selen, Titan, Wolfram und Vanadium genannt werden.

[0094] Der zahlengemittelte Partikeldurchmesser der Primärpartikel dieser magnetischen Körper beträgt vorzugsweise nicht mehr als 2 µm und besser noch 0,05 bis 0,50 µm.

[0095] In Bezug auf die magnetischen Eigenschaften für die Aufbringung von 79,6 kA/m beträgt die Koerzitivkraft (H_c) vorzugsweise 1,6 bis 12,0 kA/m; die Magnetisierungsstärke (σ_s) beträgt vorzugsweise 30 bis 90 Am²/kg und besser noch 40 bis 80 Am²/kg; und die Restmagnetisierung (σ_r) beträgt vorzugsweise 1 bis 10 Am²/kg und besser noch 1,5 bis 8 Am²/kg.

[0096] Der Gehalt des magnetischen Körpers in dem erfindungsgemäßen magnetischen Toner beträgt vorzugsweise mindestens 35 Masse% bis nicht mehr als 50 Masse% und besser noch mindestens 40 Masse% bis nicht mehr als 50 Masse%.

[0097] Das Einstellen dieses Bereichs für den Gehalt an magnetischem Körper erleichtert bei der Erfindung die Steuerung auf die gewünschten dielektrischen Eigenschaften.

[0098] Wenn der Gehalt an magnetischem Körper weniger als 35 Masse% beträgt, sind nicht nur die dielektrischen Eigenschaften schwer zu steuern, sondern gibt es in der Entwicklungshülse auch eine verringerte magnetische Anziehung an die Magnetwalze und eine Tendenz, dass leicht eine Schleierbildung auftritt. Wenn andererseits 50 Masse% überschritten werden, lassen sich nicht nur erneut die dielektrischen Eigenschaften schwer steuern, sondern es gibt auch die Tendenz, dass das Entwicklungsvermögen abnimmt.

[0099] Der Gehalt des magnetischen Körpers im magnetischen Toner kann unter Verwendung einer thermischen Analysevorrichtung TGA7 (Markenname) von PerkinElmer Inc. gemessen werden. Bezüglich des Messverfahrens wird der magnetische Toner unter einer Stickstoffatmosphäre von Normaltemperatur bei einer Temperaturanstiegsrate von 25°C/min auf 900°C erhitzt, und der Masseverlust von 100 bis 750°C wird als die Komponente genommen, die durch Subtrahieren des magnetischen Körpers vom magnetischen Toner erhalten wird, und die Restmasse wird als die Menge des magnetischen Körpers genommen.

[0100] Der erfindungsgemäße magnetische Toner hat in einem 79,6 kA/m starken Magnetfeld ein Verhältnis $[\sigma_r/\sigma_s]$ der Restmagnetisierung (σ_r) zur Magnetisierungsstärke (σ_s) von vorzugsweise nicht mehr als 0,09 und besser noch von nicht mehr als 0,06. Ein kleines $[\sigma_r/\sigma_s]$ bedeutet, dass der magnetische Toner eine geringe Restmagnetisierung hat.

[0101] Wenn eine magnetische Einkomponentenentwicklung betrachtet wird, wird der magnetische Toner dabei von dem Toner tragenden Bauteil unter der Wirkung des in dem Toner tragenden Bauteil vorhandenen Multipolmagneten eingefangen oder abgegeben. Der abgegebene magnetische Toner (der magnetische Toner, der sich von dem Toner tragenden Bauteil gelöst hat), widersteht magnetischer Kohäsion, wenn $[\sigma_r/\sigma_s]$ einen kleinen Wert hat. Ein solcher magnetischer Toner erfährt keine magnetische Kohäsion, wenn er an dem Toner tragenden Bauteil erneut an einem Wiedereinfangpol anlagert und in den Kontaktbereich eintritt, und folglich kann die Steuerung der Toner Menge präzise durchgeführt werden und die Menge an magnetischem Toner auf dem Toner tragenden Bauteil ist stabil. Deswegen wird die Menge an magnetischem Toner in dem Kontaktbereich zwischen der Entwicklungsklinge und der Entwicklungshülse stabilisiert, und es wird im Kontaktbereich ein sehr guter Umsatz durch den magnetischen Toner erzielt und die Verteilung der Lademenge wird sehr scharf. Infolgedessen verbessern sich nicht nur die Geisterbilder, sondern es wird auch die Bildichte weiter erhöht und es wird ein Bild erzielt, das wenig Schleierbildung zeigt.

[0102] $[\sigma_r/\sigma_s]$ kann in dem oben angegebenen Bereich eingestellt werden, indem der Partikeldurchmesser und die Form des in dem magnetischen Toner vorhandenen magnetischen Körpers eingestellt werden und indem die Zusatzstoffe eingestellt werden, die während der Herstellung des magnetischen Körpers zugegeben werden. Im Einzelnen kann ein hohes σ_s aufrechterhalten werden und σ_r kann gesenkt werden durch die Zugabe von zum Beispiel Siliziumoxid oder Phosphor zum magnetischen Körper. Außerdem nimmt σ_r ab, wenn die Oberfläche des magnetischen Körpers abnimmt, und bezogen auf die Form ist σ_r für eine Kreisform kleiner, bei der es wenig magnetische Anisotropie gibt, als für einen Oktaeder. Ein sehr geringes σ_r kann mittels einer Kombination des Vorstehenden erreicht werden, und $[\sigma_r/\sigma_s]$ kann dadurch auf nicht mehr als 0,09 gesteuert werden.

[0103] Die Magnetisierungsstärke (σ_s) und Restmagnetisierung (σ_r) des magnetischen Toners und magnetischen Körpers wird bei der Erfindung unter Verwendung eines Vibrationsmagnetometers VSM (Markenname) P-1-10 (Toei Industry Co., Ltd.) bei einer Zimmertemperatur von 25°C und einem externen Magnetfeld von 79,6 kA/m gemessen. Der Grund für die Messung der magnetischen Eigenschaften bei einem externen Magnetfeld von 79,6 kA/m ist der, dass die Magnetkraft am Entwicklungspol der Magnetwalze, die in einem Toner tragenden Bauteil eingebaut ist, im Allgemeinen bei etwa 79,6 kA/m (1000 Oersted) liegt. Aufgrund dessen kann daher das Tonerverhalten in der Entwicklungszone nachvollzogen werden, wenn die Restmagnetisierung bei einem externen Magnetfeld von 79,6 kA/m gemessen wird.

[0104] Der erfindungsgemäße magnetische Toner enthält an der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel anorganische Feinpartikel.

[0105] Für die auf der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel vorhandenen anorganischen Feinpartikel können beispielhaft Siliziumoxid-Feinpartikel, Titanoxid-Feinpartikel und Aluminiumoxid-Feinpartikel genannt werden, und diese anorganischen Feinpartikel können auch günstig nach Ausführung einer Hydrophobierung auf ihrer Oberfläche verwendet werden.

[0106] Es ist entscheidend, dass die anorganischen Feinpartikeln, die bei der Erfindung auf der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel vorhanden sind, mindestens eine Art Metalloxid-Feinpartikel enthalten, die aus der aus Siliziumoxid-Feinpartikeln, Titanoxid-Feinpartikeln und Aluminiumoxid-Feinpartikeln bestehenden Gruppe gewählt ist, und dass mindestens 85 Masse% der Metalloxid-Feinpartikel Siliziumoxid-Feinpartikel sind. Vorzugsweise sind mindestens 90 Masse% der Metalloxid-Feinpartikel Siliziumoxid-Feinpartikel.

[0107] Die Gründe dafür sind, dass Siliziumoxid-Feinpartikel nicht nur das beste Gleichgewicht bezüglich der Verleihung von Ladevermögen und Fließfähigkeit ergeben, sondern auch vom Standpunkt der Senkung der aggregierenden Kräfte zwischen den magnetischen Tonerpartikeln hervorragend sind.

[0108] Der Grund, warum Siliziumoxid-Feinpartikel vom Standpunkt der Absenkung der aggregierenden Kräfte zwischen den magnetischen Tonerpartikeln hervorragend sind, ist nicht vollständig klar, doch nimmt man an, dass dies wahrscheinlich an der ausgiebigen Tätigkeit der zuvor beschriebenen Lagerwirkung bezüglich des Gleitverhaltens zwischen den Siliziumoxid-Feinpartikeln liegt.

[0109] Außerdem sind die Siliziumoxid-Feinpartikel vorzugsweise der Hauptbestandteil der anorganischen Feinpartikel, die auf der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel fixiert sind. Im Einzelnen enthalten die an der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel fixierten anorganischen Feinpartikel vorzugsweise mindestens eine Art Metalloxid-Feinpartikel, die aus der aus Siliziumoxid-Feinpartikeln, Titanoxid-Feinpartikeln und Aluminiumoxid-Feinpartikeln bestehenden Gruppe gewählt ist, wobei die Siliziumoxid-Feinpartikel mindestens 80

Masse% dieser Metalloxid-Feinpartikel einnehmen. Die Siliziumoxid-Feinpartikel nehmen vorzugsweise mindestens 90 Masse% ein. Man nimmt an, dass aus den gleichen Gründen, wie sie oben diskutiert wurden, Siliziumoxid-Feinpartikel vom Standpunkt der Verleihung von Ladevermögen und Fließfähigkeit am besten sind und dass folglich ein rascher Anfangsanstieg der magnetischen Tonerladung auftritt. Das Ergebnis ist, dass eine hohe Bilddichte erzielt werden kann, was stark bevorzugt wird.

[0110] Es können der Zeitpunkt und die Menge der Zugabe der anorganischen Feinpartikel eingestellt werden, um die Siliziumoxid-Feinpartikel auf mindestens 85 Masse% der auf der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel vorhandenen Metalloxid-Feinpartikel zu bringen und auch um die Siliziumoxid-Feinpartikel bezogen auf die auf der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel fixierten Metalloxidpartikel auf mindestens 80 Masse% zu bringen.

[0111] Die Menge vorhandener anorganischer Feinpartikel kann unter Verwendung der unten beschriebenen Verfahren zum Quantifizieren der anorganischen Feinpartikel überprüft werden.

[0112] Der zahlengemittelte Partikeldurchmesser (D1) der Primärpartikel in den anorganischen Feinpartikeln beträgt bei der Erfindung vorzugsweise mindestens 5 nm bis nicht mehr als 50 nm. Der zahlengemittelte Partikeldurchmesser (D1) der Primärpartikel beträgt besser noch mindestens 10 nm bis nicht mehr als 35 nm.

[0113] Wird der zahlengemittelte Partikeldurchmesser (D1) der Primärpartikel in den anorganischen Feinpartikeln in den angegebenen Bereich gebracht, erleichtert dies eine günstige Steuerung des Abdeckungsverhältnisses A und von B/A. Wenn der zahlengemittelte Primärpartikeldurchmesser (D1) weniger als 5 nm beträgt, tendieren die anorganischen Feinpartikel dazu, miteinander zu aggregieren, und das Erzielen eines großen Werts für B/A wird problematisch und der Variationskoeffizient für das Abdeckungsverhältnis A neigt ebenfalls dazu, große Werte einzunehmen. Wenn der zahlengemittelte Primärpartikeldurchmesser (D1) andererseits mehr als 50 nm beträgt, neigt das Abdeckungsverhältnis A dazu, auch bei großen Zugabemengen der anorganischen Feinpartikel klein zu sein; außerdem wird auch B/A dazu tendieren, einen geringen Wert zu haben, da es für die anorganischen Feinpartikel schwierig wird, an den magnetischen Tonerpartikeln fixiert zu werden. Und zwar ist es schwierig, die oben beschriebene, die Anlagerungskraft verringernde Wirkung und die Lagerwirkung zu erzielen, wenn der zahlengemittelte Primärpartikeldurchmesser (D1) größer als 50 nm ist.

[0114] An den bei der Erfindung verwendeten anorganischen Feinpartikeln wird vorzugsweise eine Hydrophobierung vorgenommen, und besonders bevorzugte anorganische Feinpartikel werden auf eine durch den Methanoltitrationsversuch gemessene Hydrophobie von mindestens 40% und besser noch mindestens 50% hydrophobiert worden sein.

[0115] Für das Verfahren zum Durchführen der Hydrophobierung können beispielhaft Verfahren genannt werden, bei denen die Behandlung mit z. B. einer siliziumorganischen Verbindung, einem Silikonöl, einer langkettigen Fettsäure und so weiter durchgeführt wird.

[0116] Für die siliziumorganische Verbindung kann beispielhaft Hexamethyldisilazan, Trimethylsilan, Trimethylethoxysilan, Isobutyltrimethoxysilan, Trimethylchlorsilan, Dimethyldichlorsilan, Methyltrichlorsilan, Dimethylethoxysilan, Dimethyldimethoxysilan, Diphenyldiethoxysilan und Hexamethyldisiloxan genannt werden. Es kann eine einzelne von diesen oder ein Gemisch von zwei oder mehr verwendet werden.

[0117] Für das Silikonöl kann beispielhaft Dimethylsilikonöl, Methylphenylsilikonöl, α -Methylstyrol-modifiziertes Silikonöl, Chlorphenylsilikonöl und fluormodifiziertes Silikonöl genannt werden.

[0118] Für die langkettige Fettsäure wird geeignet eine C₁₀₋₂₂ Fettsäure verwendet, und die langkettige Fettsäure kann eine geradkettige Fettsäure oder eine verzweigte Fettsäure sein. Es kann eine gesättigte Fettsäure oder eine ungesättigte Fettsäure verwendet werden.

[0119] Unter den vorstehenden Fettsäuren werden gesättigte, geradkettige C₁₀₋₂₂ Fettsäuren besonders bevorzugt, da sie leicht für eine gleichmäßige Behandlung der Oberfläche der anorganischen Feinpartikel sorgen.

[0120] Für diese gesättigten, geradkettigen Fettsäuren können beispielhaft Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, Arachinsäure und Behensäure genannt werden.

[0121] Für die bei der Erfindung verwendeten anorganischen Feinpartikel werden anorganische Feinpartikel bevorzugt, die mit Silikonöl behandelt worden sind, und anorganische Feinpartikel, die mit einer siliziumorga-

nischen Verbindung und einem Silikonöl behandelt wurden, werden noch mehr bevorzugt. Dies ermöglicht eine günstige Steuerung der Hydrophobie.

[0122] Für das Verfahren zum Behandeln der anorganischen Feinpartikel mit einem Silikonöl kann beispielhaft ein Verfahren, bei dem das Silikonöl unter Verwendung eines Mischers wie eines Henschel-Mischers (Markenname) direkt mit anorganischen Feinpartikeln gemischt wird, die mit einer siliziumorganischen Verbindung behandelt worden sind, und ein Verfahren, bei dem das Silikonöl auf die anorganischen Feinpartikel gesprüht wird, genannt werden. Ein weiteres Beispiel ist ein Verfahren, bei dem das Silikonöl in einem geeigneten Lösungsmittel gelöst oder dispergiert wird, die anorganischen Feinpartikel dann zugegeben und gemischt werden und das Lösungsmittel entfernt wird.

[0123] Um eine gute Hydrophobie zu erzielen, beträgt die für die Behandlung verwendete Menge Silikonöl pro 100 Masseteilen der anorganischen Feinpartikel ausgedrückt vorzugsweise mindestens 1 Masseteil bis nicht mehr als 40 Masseteile und besser noch mindestens 3 Masseteile bis nicht mehr als 35 Masseteile.

[0124] Um dem magnetischen Toner eine hervorragende Fließfähigkeit zu verleihen, haben die Siliziumoxid-Feinpartikel, die Titanoxid-Feinpartikel und die Aluminiumoxid-Feinpartikel, die von der Erfindung verwendet werden, eine beruhend auf der Stickstoffadsorption durch das BET-Verfahren gemessene spezifische Oberfläche (spezifische BET-Oberfläche) von vorzugsweise mindestens 20 m²/g bis nicht mehr als 350 m²/g und besser noch mindestens 25 m²/g bis nicht mehr als 300 m²/g.

[0125] Die Messung der spezifischen Oberfläche (spezifischen BET-Oberfläche) durch das auf der Stickstoffadsorption beruhende BET-Verfahren erfolgt beruhend auf JIS Z8830 (2001). Als das Messinstrument wird ein „TriStar300 automatic specific surface area pore distribution analyzer“ (Markenname) von (Shimadzu Corporation) verwendet, der als Messverfahren eine Technik der Gasadsorption durch ein konstantes Volumen verwendet.

[0126] Die Zugabemenge der anorganischen Feinpartikel beträgt pro 100 Masseteilen der magnetischen Tonerpartikel ausgedrückt vorzugsweise mindestens 1,5 Masseteile bis nicht mehr als 3,0 Masseteile der anorganischen Feinpartikel, besser noch mindestens 1,5 Masseteile bis nicht mehr als 2,6 Masseteile und noch besser mindestens 1,8 Masseteile bis nicht mehr als 2,6 Masseteile.

[0127] Das Einstellen der Zugabemenge der anorganischen Feinpartikel in dem angegebenen Bereich wird auch vom Standpunkt einer Erleichterung einer passenden Steuerung des Abdeckungsverhältnisses A und von B/A und auch vom Standpunkt der Bildichte und Schleierbildung bevorzugt.

[0128] Das Überschreiten von 3,0 Masseteilen bei der Zugabemenge der anorganischen Feinpartikel führt auch dann, wenn eine externe Zugabevorrichtung und ein externes Zugabeverfahren entwickelt werden könnten, zur Freisetzung der anorganischen Feinpartikel und erleichtert das Auftreten von zum Beispiel einem Streifen auf dem Bild.

[0129] Neben den oben beschriebenen anorganischen Feinpartikeln können zum erfindungsgemäßen magnetischen Toner Partikel mit einem zahlengemittelten Primärpartikeldurchmesser (D1) von mindestens 80 nm bis nicht mehr als 3 µm zugegeben werden. Zum Beispiel kann in kleinen Mengen auch ein Schmierstoff, z. B. ein Fluorharzpulver, ein Zinkstearatpulver oder ein Polyvinylidenfluoridpulver; ein Poliermittel, z. B. ein Ceroxidpulver, ein Siliziumcarbidpulver oder ein Abstandspartikel wie Siliziumoxid zugegeben werden, die die Wirkungen der Erfindung nicht beeinflussen.

< Quantifizierungsverfahren für die anorganischen Feinpartikel >

Bestimmung des Gehalts an Siliziumoxid-Feinpartikeln in dem magnetischen Toner (Standard-Additionsverfahren)

[0130] 3 g des magnetischen Toners werden in einen Aluminiumring eingeführt, der einen Durchmesser von 30 mm hat, und unter Verwendung eines Drucks von 10 Tonnen wird ein Pellet hergestellt. Durch wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenzanalyse (XRF) wird die Intensität von Silizium (Si) bestimmt (Si-Intensität 1). Die Messbedingungen werden für das verwendete XRF-Instrument vorzugsweise optimiert, und sämtliche Intensitätsmessungen in einer Serie werden unter Verwendung der gleichen Bedingungen durchgeführt. Bezogen auf den magnetischen Toner werden 1,0 Masse% Siliziumoxid-Feinpartikel mit einem zahlengemittelten Primärpartikeldurchmesser von 12 nm zugegeben, und es erfolgt ein Mischen mit einer Kaffeemühle.

[0131] Für die zu diesem Zeitpunkt eingemischten Siliziumoxid-Feinpartikel können Siliziumoxid-Feinpartikel mit einem zahlengemittelten Primärpartikeldurchmesser von mindestens 5 nm bis nicht mehr als 50 nm verwendet werden, ohne diese Bestimmung zu beeinträchtigen.

[0132] Nach dem Mischen erfolgt wie oben beschrieben eine Pelletherstellung, und die Si-Intensität (Si-Intensität 2) wird ebenfalls wie oben beschrieben bestimmt. Unter Verwendung der gleichen Vorgehensweise wird auch die Si-Intensität (Si-Intensität 3, Si-Intensität 4) für Proben bestimmt, die hergestellt werden, indem die Siliziumoxid-Feinpartikel in Bezug auf den magnetischen Toner mit 2,0 Masse% und 3,0 Masse% Siliziumoxid-Feinpartikeln zugegeben und gemischt werden. Unter Verwendung der Si-Intensitäten 1 bis 4 wird der auf dem Standard-Additionsverfahren beruhende Siliziumoxidgehalt (Masse%) berechnet.

[0133] Unter Verwendung des Standard-Additionsverfahrens und der gleichen Vorgehensweise, wie sie oben für die Bestimmung des Siliziumoxidgehalts beschrieben wurde, werden der Titanoxidgehalt (Masse%) in dem magnetischen Toner und der Aluminiumoxidgehalt (Masse%) in dem magnetischen Toner bestimmt. Und zwar werden für den Titanoxidgehalt (Masse%) Titanoxid-Feinpartikel mit einem zahlengemittelten Primärpartikeldurchmesser von mindestens 5 nm bis nicht mehr als 50 nm zugegeben und gemischt, und die Bestimmung kann erfolgen, indem die Intensität von Titan (Ti) bestimmt wird. Für den Aluminiumoxidgehalt (Masse%) werden Aluminiumoxid-Feinpartikel mit einem zahlengemittelten Primärpartikeldurchmesser von mindestens 5 nm bis nicht mehr als 50 nm zugegeben und gemischt, und die Bestimmung kann erfolgen, indem die Intensität von Aluminium (Al) bestimmt wird.

Trennung der anorganischen Feinpartikel von den magnetischen Tonerpartikeln

[0134] 5 g des magnetischen Toners werden unter Verwendung einer Präzisionswaage in einem mit Deckel versehenen 200 ml großen Plastikbecher abgewogen; 100 ml Methanol werden zugegeben; und unter Verwendung eines Ultraschall dispergierers erfolgt 5 Minuten lang eine Dispergierung. Der magnetische Toner wird unter Verwendung eines Neodymmagneten gehalten, und der Überstand wird weggeschüttet. Der Vorgang des Dispergierens mit Methanol und des Wegschüttens des Überstands erfolgt dreimal, gefolgt von der Zugabe von 100 ml NaOH (10%) und mehreren Tropfen „Contaminon N“ (Markenname; wässrige Lösung (10 Masse%) eines neutralen Reinigungsmittels mit pH-Wert 7 zum Reinigen von Präzisionsmessinstrumenten von Wako Pure Chemical Industries, Ltd., das einen nichtionischen oberflächenaktiven Stoff, einen anionischen oberflächenaktiven Stoff und einen organischen Gerüststoff umfasst), leichtem Mischen und dann Stehenlassen in Ruhe für 24 Stunden. Dem folgt eine erneute Trennung unter Verwendung eines Neodymmagneten. An diesem Punkt erfolgt wiederholtes Waschen mit destilliertem Wasser, bis kein NaOH übrigbleibt. Die gewonnenen Partikel werden unter Verwendung eines Vakuumtrockners gründlich getrocknet, sodass Partikel A erzielt werden. Die extern zugegebenen Siliziumoxid-Feinpartikel werden durch diesen Vorgang gelöst und entfernt. Titanoxid-Feinpartikel und Aluminiumoxid-Feinpartikel können in den Partikeln A erhalten bleiben, da sie in NaOH (10%) kaum löslich sind.

Messung der Si-Intensität in den Partikeln A

[0135] 3 g der Partikel A werden in einen Aluminiumring mit einem Durchmesser von 30 mm eingeführt; unter Verwendung eines Drucks von 10 Tonnen wird ein Pellet hergestellt; und durch wellenlängendispersive XRF wird die Si-Intensität (Si-Intensität 5) bestimmt. Unter Verwendung der Si-Intensität 5 und der Si-Intensitäten 1 bis 4, die bei der Bestimmung des Siliziumoxidgehalts in dem magnetischen Toner verwendet wurden, wird der Siliziumoxidgehalt (Masse%) in den Partikeln A berechnet.

Trennung des magnetischen Körpers vom magnetischen Toner

[0136] 100 ml Tetrahydrofuran werden zu 5 g der Partikel A durch gründliches Mischen zugegeben, gefolgt von einer Ultraschall dispergierung für 10 Minuten. Die magnetischen Partikel werden mit einem Magneten gehalten, und der Überstand wird weggeschüttet. Dieser Vorgang erfolgt 5-mal, sodass Partikel B erzielt werden. Dieser Vorgang kann den anorganischen Bestandteil, z. B. Harze, fast vollständig aus dem magnetischen Körper entfernen. Da jedoch eine in Tetrahydrofuran unlösliche Substanz in dem Harz zurückbleiben kann, werden die durch diesen Vorgang bereitgestellten Partikel B vorzugsweise auf 800°C erhitzt, um den verbliebenen organischen Bestandteil wegzubrennen, und die nach dem Erhitzen erzielten Partikel C sind ungefähr der magnetische Körper, der in dem magnetischen Toner vorhanden war.

[0137] Eine Messung der Masse der Partikel C ergibt den Gehalt an magnetischem Körper W (Masse%) in dem magnetischen Toner. Um den Zuwachs infolge einer Oxidation des magnetischen Körpers zu korrigieren, wird die Masse an Partikeln C mit 0,9666 multipliziert ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4$).

Messung der Ti-Intensität und Al-Intensität in dem getrennten magnetischen Körper

[0138] In dem magnetischen Körper können Ti und Al als Verunreinigungen oder Zusatzstoffe vorhanden sein. Die Menge Ti und Al, die dem magnetischen Körper zugeschrieben werden kann, kann bei einer wellenlängendispersiven XRF durch FP-Quantifizierung erfasst werden. Die erfassten Mengen an Ti und Al werden in Titanoxid und Aluminiumoxid umgewandelt, und dann wird der Titanoxidgehalt und Aluminiumoxidgehalt in dem magnetischen Körper berechnet.

[0139] Die Menge extern zugegebener Siliziumoxid-Feinpartikel, die Menge extern zugegebener Titanoxid-Feinpartikel und die Menge extern zugegebener Aluminiumoxid-Feinpartikel werden berechnet, indem die durch die vorstehende Vorgehensweise erzielten quantitativen Werte in die folgenden Formeln eingesetzt werden.

Menge extern zugegebener Siliziumoxid - Feinpartikel (Masse%) = Silizium -
oxidgehalt (Masse%) im magnetischen Toner - Siliziumoxidgehalt (Masse%) in
den Partikeln A

Menge extern zugegebener Titanoxid - Feinpartikel (Masse%) = Titan -
oxidgehalt (Masse%) im magnetischen Toner - {Titanoxidgehalt (Masse%) im
magnetischen Körper \times Gehalt an magnetischem Körper W/100}

Menge extern zugegebener Aluminiumoxid - Feinpartikel (Masse%) =
Aluminiumoxidgehalt (Masse%) im magnetischen Toner - {Aluminiumoxidgehalt
(Masse%) im magnetischen Körper \times Gehalt an magnetischem Körper W/100}

Berechnung des Anteils an Siliziumoxid-Feinpartikeln in den Metalloxid-Feinpartikeln, die für die an der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel fixierten anorganischen Feinpartikel aus der aus Siliziumoxid-Feinpartikeln, Titanoxid-Feinpartikeln und Aluminiumoxid-Feinpartikeln bestehenden Gruppe gewählt wurden

[0140] Nachdem die Vorgehensweise „Entfernen der unfixierten anorganischen Feinpartikel“ in dem unten beschriebenen Verfahren zum Berechnen des Abdeckungsverhältnisses B durchgeführt und der magnetische Toner danach getrocknet wurde, kann der Anteil der Siliziumoxid-Feinpartikel in den Metalloxid-Feinpartikeln berechnet werden, indem die gleiche Verfahrensweise wie in dem oben beschriebenen Verfahren (1) bis (5) erfolgt.

[0141] Zu den magnetischen Tonerpartikeln in dem erfindungsgemäßen magnetischen Toner werden extern Strontiumtitanat-Feinpartikel zugegeben.

[0142] Der zahlengemittelte Partikeldurchmesser (D1) dieser Strontiumtitanat-Feinpartikel beträgt mindestens 60 nm bis nicht mehr als 300 nm und beträgt vorzugsweise mindestens 70 nm bis nicht mehr als 250 nm und noch besser mindestens 80 nm bis nicht mehr als 200 nm. Wenn der zahlengemittelte Partikeldurchmesser (D1) der Strontiumtitanat-Feinpartikel weniger als 60 nm beträgt, ist die spezifische Oberfläche der Strontiumtitanat-Feinpartikel erhöht und das hygroskopische Verhalten verschlechtert sich, was zu einem Rückgang beim Laden durch den Entwickler führt. Durch Anlagerung an den Bauteilen in der Maschine werden auch Störungen im Bild verursacht, und es wird auch leicht eine Verkürzung der Lebensdauer der Bauteile in der Maschine herbeigeführt. Wenn die Strontiumtitanat-Feinpartikel andererseits einen zahlengemittelten Partikeldurchmesser (D1) von mehr als 300 nm haben, werden die Strontiumtitanat-Feinpartikel durch die physikalische Kraft in dem Entwicklerbehälter leicht vom magnetischen Toner getrennt, und schließlich bleibt auf der Entwicklungshülse dann durch Trennladen aufgeladener magnetischer Toner zurück. Dies erzeugt einen Rückgang der Dichte. Wenn Strontiumtitanat-Feinpartikel mit einem zahlengemittelten Partikeldurchmesser (D1) oberhalb von 300 nm unter Verwendung einer starken Kraft in die Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel eingebettet werden, tritt in dem Entwicklerbehälter außerdem keine Trennung auf und die Strontiumtitanat-Feinpartikel werden

zudem selbst durch die elektrische Kraft in der Entwicklungszone nicht von dem magnetischen Toner getrennt. Aufgrund dessen findet in der Entwicklungszone kein Trennladen statt und der magnetische Toner beteiligt sich nicht an der Entwicklung in Übereinstimmung mit dem Latentbild.

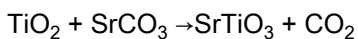
[0143] Der zahlengemittelte Partikeldurchmesser (D1) der Strontiumtitanat-Feinpartikel wurde bestimmt, indem in einer Fotografie, die mit einem Elektronenmikroskop bei einer Vergrößerung von 50000X aufgenommen wurde, 100 Partikeldurchmesser gemessen wurden und ihr arithmetischer Mittelwert genommen wurde. Für ein kugelförmiges Partikel wurde als der Partikeldurchmesser des Partikels sein Durchmesser genommen; für ein elliptisch kugelförmiges Partikel wurde als der Partikeldurchmesser des Partikels der Mittelwert der größten und kleinsten Durchmesser genommen; und es wurde der Mittelwert davon bestimmt und als der zahlengemittelte Partikeldurchmesser (D1) genommen.

[0144] Der Gehalt an Strontiumtitanat-Feinpartikeln beträgt in Bezug auf die Gesamtmenge des magnetischen Toners ausgedrückt, die externe Zusatzstoffe einschließt, mindestens 0,1 Masse% bis nicht mehr als 3,0 Masse%, vorzugsweise mindestens 0,2 Masse% bis nicht mehr als 2,0 Masse% und noch besser mindestens 0,3 Masse% bis nicht mehr als 1,0 Masse%. Wenn die Zugabe innerhalb des angegebenen Bereichs erfolgt, wird durch diese Zugabe eine zufriedenstellende Wirkung erzielt, und es kann folglich eine Aufladung innerhalb des Entwicklerbehälters verhindert werden und zufriedenstellend ein Trennladen in der Entwicklungszone herbeigeführt werden, und das Auftreten von Problemen wie Schleierbildung und Dichtenreduktion kann dadurch unterdrückt werden.

[0145] Das Verfahren zum Herstellen der Strontiumtitanat-Feinpartikel ist nicht besonders beschränkt, doch kann die Herstellung zum Beispiel durch das folgende Verfahren erfolgen.

[0146] Ein Beispiel eines allgemeinen Verfahrens zum Herstellen von Strontiumtitanat-Feinpartikeln ist ein Verfahren, bei dem nach einer Festphasenreaktion zwischen Titanoxid und Strontiumcarbonat ein Sintern erfolgt.

[0147] Eine bekannte Reaktion, die in diesem Herstellungsverfahren verwendet wird, kann durch die folgende Formel dargestellt werden.



[0148] Somit erfolgt die Herstellung, indem ein Gemisch, das Titanoxid und Strontiumcarbonat enthält, gewaschen und getrocknet wird und dann Sintern, mechanische Pulverisierung und Klassifizierung durchgeführt werden. Es kann ein anorganisches Verbundfeinpulver erzielt werden, das Strontiumtitanat, Strontiumcarbonat und Titanoxid enthält, indem die Ausgangsmaterialien und die Brennbedingungen eingestellt werden.

[0149] Das Strontiumcarbonat-Ausgangsmaterial kann jede Substanz sein, die die SrCO_3 -Zusammensetzung hat, es ist aber ansonsten nicht besonders beschränkt und es kann auch jedes kommerzielle Strontiumcarbonat verwendet werden. Der zahlengemittelte Partikeldurchmesser des als Ausgangsmaterial verwendeten Strontiumcarbonats beträgt vorzugsweise mindestens 30 nm bis nicht mehr als 200 nm und besser noch 50 nm bis nicht mehr als 150 nm.

[0150] Außerdem kann das Titanoxid-Ausgangsmaterial jede Substanz sein, die die TiO_2 -Zusammensetzung hat, es ist aber ansonsten nicht besonders beschränkt. Beispiele dieses Titanoxids schließen Metatitansäureschlamm, die durch das Schwefelsäureverfahren erzielt werden (ungetrocknetes wässriges Titanoxid) und Titanoxidpulver ein. Metatitansäureschlamm, die durch das Schwefelsäureverfahren erzielt werden, sind ein bevorzugtes Titanoxid. Dies liegt an der hervorragenden, gleichmäßigen Dispergierbarkeit bei wasserbasierten nassen Verfahren. Der zahlengemittelte Partikeldurchmesser des Titanoxids beträgt vorzugsweise mindestens 20 nm bis nicht mehr als 50 nm.

[0151] Das Molverhältnis dieser wesentlichen Ausgangsmaterialien ist nicht besonders beschränkt, beträgt aber vorzugsweise $\text{TiO}_2 : \text{SrCO}_3 = 1,00 : 0,80$ bis $1,00 : 1,10$, wobei sich die Ausbeute der erzielten Strontiumtitanat-Feinpartikel verschlechtern kann, wenn entweder das TiO_2 oder das SrCO_3 im Überschuss vorliegt.

[0152] Das Sintern erfolgt vorzugsweise bei einer Temperatur von 500 bis 1300°C und besser noch 650 bis 1100°C. Wenn die Brenntemperatur höher als 1300°C ist, tritt zwischen Partikeln leicht eine sinterinduzierte sekundäre Aggregation auf, und in dem Pulverisierungsschritt entsteht dann eine große Last. Wenn die Brenn-

temperatur weniger als 600°C beträgt, bleiben große Mengen unreaktierter Bestandteile zurück und die Herstellung stabiler Strontiumtitanat-Feinpartikel ist hochproblematisch.

[0153] Die Brenndauer beträgt vorzugsweise 0,5 bis 16 Stunden und besser noch 1 bis 5 Stunden. Wenn die Brenndauer länger als 16 Stunden ist, reagieren das Strontiumcarbonat und das Titanoxid gleichermaßen vollständig und es kann damit enden, dass die erzielten Strontiumtitanatpartikel eine sekundäre Aggregation erfahren. Wenn die Brenndauer kürzer als 0,5 Stunden ist, bleiben große Mengen unreaktierter Bestandteile zurück und die Herstellung stabiler Strontiumtitanat-Feinpartikel ist hochproblematisch.

[0154] Verfahren zum Herstellen der Strontiumtitanat-Feinpartikel, die keinen Sinterschritt durchlaufen, schließen andererseits ein Verfahren ein, in dem durch Hydrolysieren einer wässrigen Titanylsulfatlösung eine Synthese erfolgt, um eine wasserhaltige Titanoxidschlämme zu erzielen; der pH-Wert dieser wasserhaltigen Titanoxidschlämme eingestellt wird, um eine Dispergierung eines Titanoxidsols zu erzielen; zu dieser Titanoxidsoldispersion Strontiumhydroxid zugegeben wird; und auf die Reaktionstemperatur erwärmt wird. Indem der pH-Wert der wasserhaltigen Titanoxidschlämme auf 0,5 bis 1,0 eingestellt wird, wird ein Titanoxidsol mit einem hervorragenden Kristallinitätsgrad und Partikeldurchmesser erzielt.

[0155] Außerdem wird zu der Titanoxidsoldispersion vorzugsweise eine basische Substanz wie Natriumhydroxid mit dem Ziel zugegeben, die an den Titanoxidsolpartikeln adsorbierten Ionen zu entfernen. Wenn dies geschehen ist, wird der pH-Wert der Schlämme vorzugsweise nicht auf 7 oder mehr gebracht, um zu vermeiden, dass die Adsorption von zum Beispiel Natriumionen an der Oberfläche des wasserhaltigen Titanoxids hervorgerufen wird. Außerdem beträgt die Reaktionstemperatur vorzugsweise 60°C bis 100°C; die Temperaturanstiegsrate beträgt vorzugsweise nicht mehr als 30°C/Stunde, um eine gewünschte Partikeldurchmesser-Verteilung zu erzielen; und die Reaktionsdauer beträgt vorzugsweise 3 bis 7 Stunden.

[0156] Die folgenden Verfahren sind Beispiele von Verfahren, um die Strontiumtitanat-Feinpartikel, die durch ein wie oben beschriebenes Verfahren hergestellt wurden, einer Oberflächenbehandlung mit einer Fettsäure oder mit einem Metallsalz davon zu unterziehen. Zum Beispiel kann unter einer Ar-Gas oder N₂-Gas Atmosphäre in eine wässrige Lösung des Natriumsalzes der Fettsäure eine Schlämme der Strontiumtitanat-Feinpartikel eingeführt werden und die Fettsäure kann auf der Perowskitkristalloberfläche ausgeschieden werden. Außerdem kann zum Beispiel unter einer Ar-Gas- oder N₂-Gas-Atmosphäre in eine wässrige Lösung des Natriumsalzes der Fettsäure eine Schlämme der Strontiumtitanat-Feinpartikel eingeführt werden und eine wässrige Lösung des gewünschten Metallsalzes kann tropfenweise zugegeben werden, während gerührt wird, um das Fettsäuremetallsalz auf der Perowskitkristalloberfläche auszuscheiden und zu adsorbieren. Wenn eine wässrige Natriumstearatlösung und Aluminiumsulfat verwendet werden, kann zum Beispiel Aluminiumstearat adsorbiert werden,.

[0157] Vom Standpunkt des Gleichgewichts zwischen der Entwicklungsleistung und der Fixierleistung gesehen hat der erfindungsgemäße magnetische Toner einen gewichtsgemittelten Partikeldurchmesser (D₄) von vorzugsweise 6,0 µm bis 10,0 µm und besser noch 7,0 µm bis 9,0 µm.

[0158] Außerdem beträgt für den erfindungsgemäßen magnetischen Toner vom Standpunkt, das Anlagerungsvermögen der Strontiumtitanat-Feinpartikel an den magnetischen Tonerpartikeln zu verbessern und ein Aufladen innerhalb des Entwicklerbehälters zu verhindern, die unter Verwendung eines Rastersondenmikroskops gemessene mittlere Oberflächenrauheit (Ra) der erfindungsgemäßen magnetischen Tonerpartikel vorzugsweise mindestens 30,0 nm bis nicht mehr als 70,0 nm.

[0159] Wenn die mittlere Oberflächenrauheit der magnetischen Tonerpartikel weniger als 30,0 nm beträgt, gibt es wenig Unebenheit auf der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel und infolgedessen werden die Strontiumtitanat-Feinpartikel durch die Reibungskraft mit benachbartem magnetischen Toner leicht freigesetzt und es tritt innerhalb des Entwicklerbehälters ein Trennladen auf. Wenn die mittlere Oberflächenrauheit der magnetischen Tonerpartikel andererseits größer als 70,0 nm ist, kann aufgrund der Ungleichmäßigkeit der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel keine gleichmäßige Dispergierung der Strontiumtitanat-Feinpartikel erreicht werden und die Strontiumtitanat-Feinpartikel erfahren eine Aggregation. Dies führt zu einer Reduktion der Freisetzungsrates der Strontiumtitanat-Feinpartikel in der Entwicklungszone. Die Ungleichmäßigkeit der magnetischen Tonerpartikel ist optimal, wenn die mittlere Oberflächenrauheit der magnetischen Tonerpartikel mindestens 30,0 nm bis nicht mehr als 70,0 nm beträgt, und aufgrund dessen können die Strontiumtitanat-Feinpartikel gleichmäßiger auf den magnetischen Tonerpartikel dispergiert werden. Darüber hinaus ermöglicht das Vorhandensein mikroskopischer Ungleichmäßigkeit auf der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel die Verteilung der Reibungskraft mit benachbarten magnetischen Tonerpartikeln, wodurch folglich eine Frei-

setzung der Strontiumtitanat-Feinpartikel innerhalb des Entwicklerbehälters verhindert werden kann. Infolgedessen kann ein Bild erzielt werden, das wenig Schleierbildung und eine hohe Bilddichte zeigt.

[0160] Beispiele von Verfahren zum Herstellen des erfindungsgemäßen magnetischen Toners werden unten angegeben, doch besteht keine Absicht, das Herstellungsverfahren darauf zu beschränken.

[0161] Der erfindungsgemäße magnetische Toner kann durch jedes bekannte Verfahren hergestellt werden, das einen Schritt hat, der eine Einstellung des Abdeckungsverhältnisses A , von B/A , der Freisetzungsrates der Strontiumtitanat-Feinpartikel und von $[D4/D1]$ erlaubt und das vorzugsweise einen Schritt hat, in dem der Variationskoeffizient für das Abdeckungsverhältnis A und die mittlere Oberflächenrauheit der magnetischen Tonerpartikel eingestellt werden können, während die übrigen Herstellungsschritte nicht besonders beschränkt sind.

[0162] Das folgende Verfahren ist ein günstiges Beispiel eines solchen Herstellungsverfahrens. Zunächst werden das Bindemittelharz und der magnetische Körper und falls nötig andere Ausgangsmaterialien, z. B. ein Trennmittel und ein Ladungssteuerungsmittel, gründlich unter Verwendung eines Mischers wie eines Henschel-Mischers oder einer Kugelmühle gemischt und dann unter Verwendung einer erwärmten Knetvorrichtung wie einer Walze, eines Kneters oder eines Extruders geschmolzen, bearbeitet und geknetet, um die Harze miteinander kompatibel zu machen.

[0163] Das erzielte geschmolzene und geknetete Material wird gekühlt und fest werden gelassen und dann grob pulverisiert, fein pulverisiert und klassifiziert, und die externen Zusatzstoffe, z. B. anorganische Feinpartikel, werden zu den sich ergebenden magnetischen Tonerpartikeln extern zugegeben und darin eingemischt, um den magnetischen Toner zu erzielen.

[0164] Für den hier verwendeten Mischer können beispielhaft der Henschel-Mischer (Markenname) von Mitsui Mining Co., Ltd., Supermixer (Markenname) von Kawata Mfg. Co., Ltd., Ribocone (Markenname) von Okawara Corporation, Nauta-Mischer, Turbulizer und Cyclomix (Markennamen) von Hosokawa Micron Corporation, Spiral Pin Mixer (Markenname) von Pacific Machinery & Engineering Co., Ltd., Loedige Mixer (Markenname) von Matsubo Corporation und Nobilta (Markenname) von Hosokawa Micron Corporation genannt werden.

[0165] Für die oben genannte Knetvorrichtung können beispielhaft der KRC Kneader (Markenname) von Kurimoto, Ltd., Buss Ko-Kneader (Markenname) von Buss Corp., TEM-Extruder (Markenname) von Toshiba Machine Co., Ltd., TEX-Doppelschraubenknetter (Markenname) von The Japan Steel Works, Ltd., PCM Kneader (Markenname) von Ikegai Ironworks Corporation, Dreiwalzenmühlen, Mischwalzenmühlen, Knetter von Inoue Manufacturing Co., Ltd., Kneadex (Markenname) von Mitsui Mining Co., Ltd., Druckknetter Modell MS und Kneader-Ruder (Markenname) von Moriyama Mfg. Co. Ltd. und Banbury-Mischer (Markenname) von Kobe Steel, Ltd. genannt werden.

[0166] Für den oben genannten Pulverisierer können beispielhaft die Counter Jet Mill, Micron Jet und Inomizer (Markennamen) von Hosokawa Micron Corporation, IDS-Mühle und PJM Jet Mill (Markennamen) von Nippon Pneumatic Mfg. Co., Ltd., Cross Jet Mill (Markenname) von Kurimoto, Ltd., Ulmax (Markenname) von Nisso Engineering Co. Ltd., SK Jet-O-Mill (Markenname) von Seishin Enterprise Co., Ltd., Krypton (Markenname) von Kawasaki Heavy Industries, Ltd., Turbo Mill (Markenname) von Turbo Kogyo Co., Ltd. und Super Rotor (Markenname) von Nisshin Engineering Inc. genannt werden.

[0167] Unter den Vorstehenden kann die mittlere Oberflächenrauheit des magnetischen Toners gesteuert werden, indem während einer Mikropulverisierung unter Verwendung einer Turbo Mill (Markenname) die Abgastemperatur eingestellt wird. Eine geringere Abgastemperatur (von zum Beispiel nicht mehr als 40°C) ergibt für die mittlere Oberflächenrauheit einen größeren Wert, während eine höhere Abgastemperatur (von zum Beispiel etwa 50°C) für die mittlere Oberflächenrauheit einen geringeren Wert ergibt.

[0168] Für den oben genannte Klassifizierer kann beispielhaft der Classiel, Micron Classifier und Spedic Classifier (Markennamen) von Seishin Enterprise Co., Ltd., Turbo Classifier (Markenname) von Nisshin Engineering Inc., Micron Separator, Turboplex (ATP) und TSP Separator (Markennamen) von Hosokawa Micron Corporation, Elbow Jet (Markenname) von Nittetsu Mining Co., Ltd., Dispersion Separator (Markenname) von Nippon Pneumatic Mfg. Co., Ltd. und YM Microcut (Markenname) von Yasukawa Shoji Co., Ltd. genannt werden.

[0169] Für Siebeinrichtungen, die zum Aussieben der groben Partikel verwendet werden können, können beispielhaft der Ultrasonic (Markenname) von Koei Sangyo Co., Ltd., Rezona Sieve und Gyro-Sifter (Markenna-

men) von Tokuju Corporation, Vibrasonic System (Markenname) von Dalton Co., Ltd., Soniclean (Markenname) von Sintokogio, Ltd., Turbo Screener (Markenname) von Turbo Kogyo Co., Ltd., Microsifter (Markenname) von Makino Mfg. Co., Ltd. und kreisförmige Vibrationsiebe genannt werden.

[0170] Unter den Vorstehenden wird zum Einstellen von [D4/D1] eine Einstellung der Menge an Feinstkornanteil und groben Pulvers bevorzugt, und es kann vorteilhaft ein Elbow Jet verwendet werden. Im Einzelnen kann [D4/D1] gesenkt werden, indem die Menge an Feinstkornanteil gesenkt wird.

[0171] Als die Mischprozessvorrichtung für die externe Zugabe und das Mischen der Strontiumtitanat-Feinpartikel und der anorganischen Feinpartikel (nachstehend auch einfach als die anorganischen Feinpartikel bezeichnet) kann eine bekannte Mischprozessvorrichtung, z. B. die oben beschriebenen Mischer, verwendet werden; allerdings wird vom Standpunkt dessen, eine leichte Steuerung des Abdeckungsverhältnisses A, von B/A, der Freisetzungsrates für die Strontiumtitanat-Feinpartikel und des Variationskoeffizienten für das Abdeckungsverhältnis A zu erlauben, eine Vorrichtung bevorzugt, wie sie in **Fig. 5** gezeigt ist.

[0172] **Fig. 5** ist eine schematische Darstellung, die ein Beispiel einer Mischprozessvorrichtung zeigt, die dazu verwendet werden kann, die externe Zugabe und das Mischen der von der Erfindung verwendeten anorganischen Feinpartikel durchzuführen.

[0173] Diese Mischprozessvorrichtung führt leicht ein Fixieren der anorganischen Feinpartikel an der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel herbei, da sie einen Aufbau hat, der auf die magnetischen Tonerpartikel und die anorganischen Feinpartikel in einem engen Zwischenraumbereich eine Scherung aufbringt.

[0174] Darüber hinaus werden, wie unten beschrieben ist, das Abdeckungsverhältnis A, B/A, die Freisetzungsrates für die Strontiumtitanat-Feinpartikel und der Variationskoeffizient für das Abdeckungsverhältnis A leicht in die für die Erfindung bevorzugten Bereiche gesteuert, da eine Zirkulation der magnetischen Tonerpartikel und anorganischen Feinpartikel in der Axialrichtung des Drehbauteils erleichtert wird und da vor der Entwicklung des Fixierens ein gründliches und gleichmäßiges Mischen erleichtert wird.

[0175] **Fig. 6** ist andererseits eine schematische Darstellung, die ein Beispiel des Aufbaus des Rührbauteils zeigt, das in der oben genannten Mischprozessvorrichtung verwendet wird.

[0176] Der Prozess der externen Zugabe und des Mischens für die anorganischen Feinpartikel wird unten unter Verwendung der **Fig. 5** und **Fig. 6** beschrieben.

[0177] Diese Mischprozessvorrichtung, die die externe Zugabe und das Mischen der anorganischen Feinpartikel durchführt, hat ein Drehbauteil **2**, auf dessen Oberfläche zumindest eine Vielzahl von Rührbauteilen **3** angeordnet ist; ein Antriebsbauteil **8**, das die Drehung des Drehbauteils betreibt; und ein Hauptgehäuse **1**, das so angeordnet ist, dass es mit den Rührbauteilen **3** einen Spalt hat.

[0178] Es ist wichtig, dass der Spalt (Zwischenraum) zwischen dem Innenumfang des Hauptgehäuses **1** und dem Rührbauteil **3** konstant und sehr klein gehalten wird, damit auf die magnetischen Tonerpartikel eine gleichmäßige Scherung aufgebracht wird und das Fixieren der anorganischen Feinpartikel an der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel erleichtert wird.

[0179] Der Durchmesser des Innenumfangs des Hauptgehäuses **1** in dieser Vorrichtung ist nicht mehr als zweimal so groß wie der Durchmesser des Außenumfangs des Drehbauteils **2**. In **Fig. 5** ist ein Beispiel gezeigt, in dem der Durchmesser des Innenumfangs des Hauptgehäuses **1** 1,7-mal so groß wie der Durchmesser des Außenumfangs des Drehbauteils **2** (der Stammdurchmesser, der sich durch Subtrahieren des Rührbauteils **3** vom Drehbauteil **2** ergibt) ist. Wenn der Durchmesser des Innenumfangs des Hauptgehäuses **1** nicht mehr als zweimal so groß wie der Durchmesser des Außenumfangs des Drehbauteils **2** ist, wird auf die magnetischen Tonerpartikel zufriedenstellend Stoßkraft aufgebracht, da der Verarbeitungsraum, in dem auf die magnetischen Tonerpartikel Kräfte wirken, geeignet begrenzt wird.

[0180] Außerdem ist es wichtig, dass der oben genannte Zwischenraum in Übereinstimmung mit der Größe des Hauptgehäuses eingestellt wird. Vom Standpunkt der Aufbringung einer angemessenen Scherung auf die magnetischen Tonerpartikel gesehen ist es wichtig, dass der Zwischenraum auf etwa mindestens 1% bis nicht mehr als 5% des Durchmessers des Innenumfangs des Hauptgehäuses **1** eingestellt wird. Wenn der Durchmesser des Innenumfangs des Hauptgehäuses **1** ungefähr 130 mm beträgt, wird der Zwischenraum insbesondere vorzugsweise auf ungefähr mindestens 2 mm bis nicht mehr als 5 mm eingestellt; wenn der Durchmesser

des Innumfangs des Hauptgehäuses **1** etwa 800 mm beträgt, wird der Zwischenraum vorzugsweise auf ungefähr mindestens 10 mm bis nicht mehr als 30 mm eingestellt.

[0181] In dem Prozess der externen Zugabe und des Mischens der anorganischen Feinpartikel bei der Erfindung erfolgen das Mischen und die externe Zugabe der anorganischen Feinpartikel zur Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel unter Verwendung der Mischprozessvorrichtung, indem das Drehbauteil **2** durch das Antriebsbauteil **8** gedreht wird und die magnetischen Tonerpartikel und anorganischen Feinpartikel, die in die Mischprozessvorrichtung eingeführt worden sind, gerührt und gemischt werden.

[0182] Wie in **Fig. 6** gezeigt ist, ist mindestens ein Abschnitt der Vielzahl von Rührbauteilen **3** als ein Vorwärtstransport-Rührbauteil **3a** ausgebildet, das die Drehung des Drehbauteils **2** begleitend die magnetischen Tonerpartikel und anorganischen Feinpartikel entlang der Axialrichtung des Drehbauteils in einer Richtung transportiert. Außerdem ist mindestens ein Abschnitt der Vielzahl von Rührbauteilen **3** als ein Rücktransport-Rührbauteil **3b** ausgebildet, das, die Drehung des Drehbauteils **2** begleitend, die magnetischen Tonerpartikel und anorganischen Feinpartikel entlang der Axialrichtung des Drehbauteils in der anderen Richtung zurückführt.

[0183] Wenn an den zwei Enden des Hauptgehäuses **1** wie in **Fig. 5** die Rohmaterialeinlassöffnung **5** und die Produktauslassöffnung **6** angeordnet sind, ist dabei die Richtung von der Rohmaterialeinlassöffnung **5** zur Produktauslassöffnung **6** hin (die nach rechts gehende Richtung in **Fig. 5**) die „Vorwärtsrichtung“.

[0184] Und zwar ist, wie in **Fig. 6** gezeigt ist, die Stirnfläche des Vorwärtstransport-Rührbauteils **3a** so geneigt, dass es die magnetischen Tonerpartikel in der Vorwärtsrichtung (**13**) transportiert. Andererseits ist die Stirnfläche des Rücktransport-Rührbauteils **3b** so geneigt, dass es die magnetischen Tonerpartikel und die anorganischen Feinpartikel in der Rückwärtsrichtung (**12**) transportiert.

[0185] Dadurch erfolgen die externe Zugabe der anorganischen Feinpartikel zur Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel und das Mischen, während wiederholt ein Transport in die „Vorwärtsrichtung“ (**13**) und ein Transport in die „Rückwärtsrichtung“ (**12**) erfolgt.

[0186] Außerdem bildet bezogen auf die Rührbauteile **3a**, **3b** eine Vielzahl von Bauteilen, die in der Umfangsrichtung des Drehbauteils **2** in Intervallen angeordnet sind, einen Satz. In dem Beispiel, das in **Fig. 6** gezeigt ist, bilden auf dem Drehbauteil **2** zwei Bauteile in einem Intervall von 180° zueinander einen Satz der Rührbauteile **3a**, **3b**, doch es kann auch eine größere Anzahl von Bauteilen einen Satz bilden, etwa drei in einem Intervall von 120° oder vier in einem Intervall von 90°.

[0187] In dem Beispiel, das in **Fig. 6** gezeigt ist, sind insgesamt zwölf Rührbauteile **3a**, **3b** in einem gleichmäßigen Intervall ausgebildet.

[0188] Darüber hinaus gibt **D** in **Fig. 6** die Breite eines Rührbauteils an und **d** gibt den Abstand an, der den Überlappungsabschnitt eines Rührbauteils darstellt. In **Fig. 6** ist **D** vorzugsweise eine Breite, die ungefähr mindestens 20% bis nicht mehr als 30% der Länge des Drehbauteils **2** beträgt, wenn man den Standpunkt der Herbeiführung eines effizienten Transports der magnetischen Tonerpartikel und der anorganischen Feinpartikel in der Vorwärtsrichtung und Rückwärtsrichtung berücksichtigt. **Fig. 6** zeigt ein Beispiel, in dem **D** 23% beträgt. Darüber hinaus ist bezogen auf die Rührbauteile **3a** und **3b**, wenn von der Stelle des Endes des Rührbauteils **3a** aus eine Verlängerungslinie in der senkrechten Richtung gezogen wird, vorzugsweise ein bestimmter Überlappungsabschnitt **d** des Rührbauteils mit dem Rührbauteil **3b** vorhanden. Dies dient dazu, auf die magnetischen Tonerpartikel wirksam eine Scherung aufzubringen. Dieses **d** beträgt vom Standpunkt der Scheraufbringung vorzugsweise mindestens 10% bis nicht mehr als 30% von **D**.

[0189] Neben der in **Fig. 6** gezeigten Form kann die Blattform - solange die magnetischen Tonerpartikel in der Vorwärtsrichtung und Rückwärtsrichtung transportiert werden können und der Zwischenraum beibehalten wird - eine Form sein, die eine gekrümmte Oberfläche oder einen Paddelaufbau hat, bei dem ein fernes Blattelement durch einen stabförmigen Arm mit dem Drehelement **2** verbunden ist.

[0190] Der Erfindung wird unter Bezugnahme auf die in den **Fig. 5** und **Fig. 6** gezeigten schematischen Darstellungen der Vorrichtung im Folgenden mit mehr Einzelheiten beschrieben.

[0191] Die in **Fig. 5** gezeigte Vorrichtung hat ein Drehbauteil **2**, auf dessen Oberfläche zumindest eine Vielzahl von Rührbauteilen **3** angeordnet ist; ein Antriebsbauteil **8**, das die Drehung des Drehbauteils **2** betreibt; ein Hauptgehäuse **1**, das so angeordnet ist, dass es mit den Rührbauteilen **3** einen Spalt bildet; und einen Mantel

4, in dem ein Wärmetransportmedium fließen kann und das sich auf der Innenseite des Hauptgehäuses 1 und an der Endfläche 10 des Drehbauteils befindet.

[0192] Außerdem hat die in Fig. 5 gezeigte Vorrichtung eine Rohmaterialeinlassöffnung 5, die auf der Oberseite des Hauptgehäuses 1 für den Zweck des Einführens der magnetischen Tonerpartikel und der anorganischen Feinpartikel ausgebildet ist, und eine Produktauslassöffnung 6, die auf der Unterseite des Hauptgehäuses 1 für den Zweck des Auslassens des magnetischen Toners, der dem Prozess der externen Zugabe und des Mischens unterzogen worden ist, vom Hauptgehäuse 1 zur Außenseite ausgebildet ist.

[0193] Die in Fig. 5 gezeigte Vorrichtung hat auch ein Rohmaterialeinlassöffnungsinnenstück 16, das in die Rohmaterialeinlassöffnung 5 eingeschoben ist, und ein Produktauslassöffnungsinnenstück 17, das in die Produktauslassöffnung 6 eingeschoben ist.

[0194] Bei der Erfindung wird zunächst das Rohmaterialeinlassöffnungsinnenstück 16 aus der Rohmaterialeinlassöffnung 5 entfernt und die magnetischen Tonerpartikel werden von der Rohmaterialeinlassöffnung 5 aus in den Bearbeitungsraum 9 eingeführt. Dann werden die anorganischen Feinpartikel von der Rohmaterialeinlassöffnung 5 aus in den Bearbeitungsraum 9 eingeführt und das Rohmaterialeinlassöffnungsinnenstück 16 wird eingeschoben. Anschließend wird das Drehbauteil 6 durch das Antriebsbauteil 8 gedreht (11 stellt die Drehrichtung dar), und das zu verarbeitende, dadurch eingeführte Material wird dem Prozess der externen Zugabe und des Mischens unterzogen, während es durch die Vielzahl von auf der Oberfläche des Drehbauteils 2 angeordneten Rührbauteilen 3 gerührt und gemischt wird.

[0195] Die Reihenfolge der Einführung kann auch zunächst ein Einführen der anorganischen Feinpartikel durch die Rohmaterialeinlassöffnung 5 und dann ein Einführen der magnetischen Tonerpartikel durch die Rohmaterialeinlassöffnung 5 sein. Außerdem können die magnetischen Tonerpartikel und die anorganischen Feinpartikel vorher gemischt werden, indem ein Mischer wie ein Henschel-Mischer verwendet wird, und das Gemisch kann danach durch die Rohmaterialeinlassöffnung 5 der in Fig. 5 gezeigten Vorrichtung eingeführt werden.

[0196] Genauer gesagt wird bezüglich der Bedingungen für den Prozess der externen Zugabe und des Mischens hinsichtlich der Erzielung des Abdeckungsverhältnisses A, von B/A, der Freisetzungsrates für die Strontiumtitanat-Feinpartikel und des Variationskoeffizienten für das Abdeckungsverhältnis A, die durch die Erfindung festgelegt sind, ein Steuern der Leistung des Antriebsbauteils 8 auf mindestens 0,2 W/g bis nicht mehr als 2,0 W/g bevorzugt.

[0197] Wenn die Leistung weniger als 0,2 W/g beträgt, ist es schwierig, ein hohes Abdeckungsverhältnis A zu erzielen, und B/A tendiert dazu, zu gering zu sein. Andererseits tendiert B/A dazu, zu hoch zu sein, wenn 2,0 W/g überschritten wird.

[0198] Die Verarbeitungsdauer ist nicht besonders beschränkt, doch beträgt sie vorzugsweise mindestens 3 Minuten bis nicht mehr als 10 Minuten. Wenn die Verarbeitungsdauer kürzer als 3 Minuten ist, tendiert B/A dazu, gering zu sein, und es besteht die Neigung, dass ein großer Variationskoeffizient für das Abdeckungsverhältnis A auftritt. Wenn die Verarbeitungsdauer andererseits 10 Minuten übersteigt, tendiert B/A umgekehrt dazu, hoch zu sein, und die Temperatur innerhalb der Vorrichtung neigt dazu anzusteigen.

[0199] Die Drehgeschwindigkeit der Rührbauteile während der externen Zugabe und des Mischens ist nicht besonders beschränkt; allerdings beträgt die Drehzahl der Rührbauteile, wenn für die in Fig. 5 gezeigte Vorrichtung das Volumen des Bearbeitungsraums 9 in der Vorrichtung $2,0 \times 10^{-3} \text{ m}^3$ beträgt und die Form der Rührbauteile 3 wie in Fig. 6 gezeigt ist, vorzugsweise mindestens 1000 U/min bis nicht mehr als 3000 U/min. Das Abdeckungsverhältnis A, B/A, die Freisetzungsrates für die Strontiumtitanat-Feinpartikel und der Variationskoeffizient für das Abdeckungsverhältnis A, die für die Erfindung festgelegt sind, werden bei mindestens 1000 U/min bis nicht mehr als 3000 U/min leicht erzielt.

[0200] Ein besonders bevorzugtes Verarbeitungsverfahren für die Erfindung hat vor dem Prozessschritt der externen Zugabe und des Mischens einen Vormischschritt. Das Einfügen eines Vormischschritts erreicht eine sehr gleichmäßige Dispergierung der anorganischen Feinpartikel auf der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel, und infolgedessen wird leicht ein hohes Abdeckungsverhältnis A erzielt und der Variationskoeffizient für das Abdeckungsverhältnis A wird leicht verringert.

[0201] Genauer gesagt sind die Vormischverarbeitungsbedingungen vorzugsweise eine Leistung des Antriebsbauteils **8** von mindestens 0,06 W/g bis nicht mehr als 0,20 W/g und eine Verarbeitungsdauer von mindestens 0,5 Minuten bis nicht mehr als 1,5 Minuten. Es ist schwierig, beim Vormischen ein zufriedenstellendes gleichmäßiges Mischen zu erzielen, wenn für die Vormischverarbeitungsbedingungen die aufgebrachte Leistung weniger als 0,06 W/g beträgt oder die Verarbeitungsdauer kürzer als 0,5 Minuten ist. Wenn für die Vormischverarbeitungsbedingungen andererseits die aufgebrachte Leistung höher als 0,20 W/g ist oder die Verarbeitungsdauer länger als 1,5 Minuten ist, können die anorganischen Feinpartikel an der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel fixiert werden, bevor ein zufriedenstellendes gleichmäßiges Mischen erreicht worden ist.

[0202] Darüber hinaus erfolgt bei der Erfindung in einem besonders bevorzugten Verarbeitungsverfahren zum Erhöhen der Freisetzungsrates des Strontiumtitanats ein Prozess einer externen Zugabe und eines Mischens, in dem nur die anorganischen Feinpartikel (zum Beispiel Siliziumoxid-Feinpartikel) verwendet werden, gefolgt von der Zugabe des Strontiumtitanats und der Ausführung eines Prozesses der externen Zugabe und des Mischens. Das Bedecken der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel mit anorganischen Feinpartikeln (zum Beispiel Siliziumoxid-Feinpartikeln) ermöglicht es, das Strontiumtitanat auf der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel zu dispergieren, ohne das Strontiumtitanat einzubetten, und es kann die Freisetzungsrates des Strontiumtitanats anheben.

[0203] Genauer gesagt wird für die Bedingungen für den Prozess der externen Zugabe für nur die anorganischen Feinpartikel (zum Beispiel Siliziumoxid-Feinpartikel) Folgendes bevorzugt: Verwendung eines Henschel-Mischers (Markenname) von Mitsui Mining Co., Ltd., eine Rührbauteildrehgeschwindigkeit von mindestens 3000 U/min bis nicht mehr als 4000 U/min und eine Verarbeitungsdauer von 0,5 Minuten bis nicht mehr als 1,5 Minuten. Es ist schwierig, ein zufriedenstellendes gleichmäßiges Mischen der Siliziumoxid-Feinpartikel mit den magnetischen Tonerpartikeln zu erreichen, wenn für die Bedingungen des Prozesses der externen Zugabe für nur die Siliziumoxid-Feinpartikel eine Drehgeschwindigkeit von weniger als 3000 U/min oder eine Verarbeitungsdauer von weniger als 0,5 Minuten verwendet wird. Andererseits kann es damit enden, dass die Siliziumoxid-Feinpartikel in die Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel eingebettet werden, wenn für die Bedingungen des Prozesses der externen Zugabe für nur die Siliziumoxid-Feinpartikel nicht weniger als 4000 U/min oder eine Prozessdauer von länger als 1,5 Minuten verwendet wird.

[0204] Nachdem der Prozess der externen Zugabe und des Mischens beendet worden ist, wird das Produktauslassöffnungsinnenstück **17** in der Produktauslassöffnung **6** entfernt und das Drehbauteil **2** wird durch das Antriebsbauteil **8** gedreht, um den magnetischen Toner aus der Produktauslassöffnung **6** herauszulassen. Falls nötig können von dem erzielten magnetischen Toner grobe Partikel und so weiter abgetrennt werden, indem ein Sieb, zum Beispiel ein kreisförmiges Vibrationssieb, verwendet wird, um den magnetischen Toner zu erzielen.

[0205] Ein Beispiel einer Bilderzeugungsvorrichtung, die vorteilhaft den erfindungsgemäßen magnetischen Toner nutzen kann, wird unten im Einzelnen unter Bezugnahme auf **Fig. 4** beschrieben. In **Fig. 4** ist **100** ein ein elektrostatisches Latentbild tragendes Bauteil (unten auch als ein fotoempfindliches Bauteil bezeichnet), und auf seinem Umfang ist unter anderem Folgendes angeordnet: ein Ladebauteil **117** (im Folgenden auch Ladewalze genannt), eine Entwicklungseinrichtung **140** mit einem Toner tragenden Bauteil **102**, ein Übertragungsbauteil **114** (Übertragungswalze), ein Reiniger **116**, eine Fixiereinheit **126** und eine Registrierwalze **124**. Das ein elektrostatisches Latentbild tragende Bauteil **100** wird durch das Ladebauteil **117** geladen. Es erfolgt eine Fotobelichtung, indem das ein elektrostatisches Latentbild tragende Bauteil **100** mit Laserlicht von einem Lasergenerator **121** bestrahlt wird, um ein dem beabsichtigten Bild entsprechendes elektrostatisches Latentbild zu erzeugen. Das elektrostatische Latentbild auf dem ein elektrostatisches Latentbild tragenden Bauteil **100** wird durch die Entwicklungseinrichtung **140** mit einem Einkomponententoner entwickelt, um für ein Tonerbild zu sorgen, und das Tonerbild wird durch das Übertragungsbauteil **114**, das das ein elektrostatisches Latentbild tragende Bauteil mit einem dazwischen liegenden Übertragungsmaterial berührt, auf das Übertragungsmaterial übertragen. Das Tonerbild tragende Übertragungsmaterial wird zur Fixiereinheit **126** transportiert, und es erfolgt auf dem Übertragungsmaterial ein Fixieren. Außerdem wird der Toner, der auf dem ein elektrostatisches Latentbild tragenden Bauteil in gewissem Maß zurückbleibt, durch die Reinigungsklinge abgeschabt und in dem Reiniger **116** gespeichert.

[0206] Die Verfahren zum Messen der verschiedenen Eigenschaften, auf die die Erfindung verweist, werden unten beschrieben.

< Berechnung des Abdeckungsverhältnisses A >

[0207] Das Abdeckungsverhältnis A wird bei der Erfindung berechnet, indem unter Verwendung der Bildanalysesoftware Image-Pro Plus (Markenname) Ver. 5.0 von Nippon Roper Kabushiki Kaisha das Bild der Oberfläche des magnetischen Toners, das mit dem ultrahochauflösenden Feldemissionsrasterelektronenmikroskop S-4800 (Markenname) von Hitachi High-Technologies Corporation aufgenommen wird, analysiert wird. Die Bedingungen für die Bildaufnahme mit dem S-4800 sind wie folgt.

Probenherstellung

[0208] Auf dem Probenstumpf (15 mm × 6 mm großer Aluminiumprobenstumpf) wird in einer dünnen Lage eine elektrisch leitende Paste verteilt, und der magnetische Toner wird darauf aufgesprüht. Zusätzliches Blasen mit Luft wird durchgeführt, um vom Probenstumpf überschüssigen magnetischen Toner zu entfernen und gründliches Trocknen durchzuführen. Der Probenstumpf wird in den Probenhalter gesetzt, und die Probenstumpfhöhe wird mit dem Probenhöhenmesser auf 36 mm eingestellt.

Einstellung der Untersuchungsbedingungen mit dem S-4800

[0209] Das Abdeckungsverhältnis A wird berechnet, indem das Bild verwendet wird, das mit dem S-4800 durch Rückstreuelektronenbildgebung erzielt wird. Das Abdeckungsverhältnis A kann unter Verwendung des Rückstreuelektronenbilds mit hervorragender Genauigkeit gemessen werden, da die anorganischen Feinpartikel weniger als im Fall des Sekundärelektronenbilds aufgeladen werden.

[0210] Leite flüssigen Stickstoff zum Rand der im S-4800 Gehäuse gelegenen Antikontaminationsfalle ein und lasse 30 Minuten lang stehen. Starte „PC-SEM“ des S-4800 und führe Flashing durch (die FE-Spitze, die die Elektronenquelle ist, wird gereinigt). Klicke auf die Beschleunigungsspannungsanzeigefläche im Bedienfeld auf dem Bildschirm und drücke die Schaltfläche [flashing], um den Flashing-Ausführungsdialo zu öffnen. Bestätige eine Flashing-Intensität von 2 und starte. Bestätige, dass der Emissionsstrom infolge von Flashing 20 bis 40 μA beträgt. Führe den Probenhalter in die Probenkammer des S-4800 Gehäuses ein. Drücke auf dem Bedienfeld [home], um den Probenhalter zur Untersuchungsposition zu führen.

[0211] Klicke die Beschleunigungsspannungsanzeigefläche, um den HV-Einstelldialog zu öffnen und setze die Beschleunigungsspannung auf [0.8 kV] und den Emissionsstrom auf [20 μA]. Stelle die Signalauswahl im Reiter [base] des Bedienfelds auf [SE]; wähle [upper (U)] und [+BSE] für den SE-Detektor; und wähle [L.A. 100] im Auswahlkasten rechts von [+BSE], um zum Untersuchungsmodus zu gehen, der das Rückstreuelektronenbild verwendet. Stelle auf die gleiche Weise in dem Reiter [base] des Bedienfelds den Sondenstrom des Elektronenoptiksystembedingungsblocks auf [Normal]; stelle den Fokusmodus auf [UHR]; und stelle WD auf [3,0 mm] ein. Drücke in der Beschleunigungsspannungsanzeigefläche des Bedienfelds das Schaltfeld [ON] und lege die Beschleunigungsspannung an.

Berechnung des zahlengemittelten Partikeldurchmessers (D1) des magnetischen Toners

[0212] Stelle die Vergrößerung auf 5000X (5k), indem du innerhalb der Vergrößerungszeigerfläche des Bedienfelds ziehst. Drehe den Fokusknopf [COARSE] auf dem Bedienfeld und führe eine Einstellung der Blendenausrichtung durch, bei der ein gewisser Grad an Fokus erzielt worden ist. Klicke in dem Bedienfeld auf [Align] und zeige den Ausrichtungsdialo an und wähle [beam]. Ziehe den dargestellten Strahl zur Mitte der konzentrischen Kreise durch Drehen der Knöpfe STIGMA/ALIGNMENT (X, Y) auf dem Bedienfeld. Wähle dann [aperture] und drehe die Knöpfe STIGMA/ALIGNMENT (X, Y) einen nach dem anderen und stelle sie so ein, dass die Bewegung des Bilds gestoppt wird oder die Bewegung minimiert wird. Schließe den Blendendialo und fokussiere mit dem Autofokus. Fokussiere durch Wiederholen dieses Vorgangs zwei weitere Male.

[0213] Bestimme danach den zahlengemittelten Partikeldurchmesser (D1) durch Messen des Partikeldurchmessers an 300 magnetischen Tonerpartikeln. Als der Partikeldurchmesser des einzelnen Partikels wird der Maximaldurchmesser beim Betrachten des magnetischen Tonerpartikels genommen.

Fokuseinstellung

[0214] Ziehe für Partikel mit einem in (3) erzielten zahlengemittelten Partikeldurchmesser (D1) von $\pm 0,1 \mu\text{m}$ bei auf die Mitte des Messbildschirms eingestellter Mitte des maximalen Durchmessers innerhalb der Vergrößerungszeigerfläche des Bedienfelds, um die Vergrößerung auf 10.000X (10k) einzustellen. Drehe auf dem

Bedienfeld den Fokusknopf [COARSE] und führe eine Einstellung der Blendenausrichtung durch, an der ein gewisser Grad an Fokus erzielt worden ist. Klicke in dem Bedienfeld [Align] und zeige den Ausrichtungsdialog an und wähle [beam]. Bewege den dargestellten Strahl zur Mitte der konzentrischen Kreise durch Drehen der Knöpfe STIGMA/ALIGNMENT (X, Y) auf dem Bedienfeld. Wähle dann [aperture] und drehe die Knöpfe STIGMA/ALIGNMENT (X, Y) einen nach dem anderen und stelle sie so ein, dass die Bewegung des Bilds gestoppt wird oder die Bewegung minimiert wird. Schließe den Blendendialog und fokussiere unter Verwendung von Autofokus. Stelle dann die Vergrößerung auf 50000X (50k) ein; führe unter Verwendung des Fokusknopfs und des Knopfs STIGMA/ALIGNMENT wie oben eine Fokuseinstellung durch; und fokussiere erneut unter Verwendung von Autofokus. Fokussiere durch Wiederholen dieses Vorgangs. Da die Genauigkeit der Abdeckungsverhältnismessung dazu neigt abzunehmen, wenn die Untersuchungsebene einen großen Neigungswinkel hat, führe die Analyse dabei durch, indem du eine Auswahl mit der geringsten Neigung in der Oberfläche triffst, indem du während der Fokuseinstellung eine Auswahl triffst, bei der sich die gesamte Untersuchungsebene gleichzeitig im Fokus befindet.

Bildaufnahme

[0215] Führe unter Verwendung des ABC Modus eine Helligkeitseinstellung durch und mache eine Fotografie mit einer Größe von 640 × 480 Pixeln und speichere sie. Führe die unten beschriebene Analyse unter Verwendung dieser Bilddatei durch. Mache eine Fotografie für jedes magnetische Tonerpartikel und erziele für mindestens 30 magnetische Tonerpartikel Bilder.

Bildanalyse

[0216] Das Abdeckungsverhältnis A wird bei der Erfindung unter Verwendung der unten angegebenen Analysesoftware berechnet, indem das durch die oben beschriebene Vorgehensweise erzielte Bild einer Binarisierungsverarbeitung unterzogen wird. Wenn dies erfolgt ist, wird das oben beschriebene Einzelbild in 12 Quadrate unterteilt und jedes wird analysiert. Wenn innerhalb eines Teilbereichs jedoch ein anorganisches Feinpartikel mit einem Partikeldurchmesser von größer oder gleich 50 nm vorhanden ist, erfolgt keine Berechnung des Abdeckungsverhältnisses A für diesen Teilbereich.

[0217] Die Analysebedingungen mit der Bildanalysesoftware Image-Pro Plus (Markenname) Ver. 5.0 sind die Folgenden.

Software: Image-Pro Plus 5.1J

[0218] Wähle aus „measurement“ in der Werkzeugleiste „count/size“ und dann „option“ und stelle die Binarisierungsbedingungen ein. Wähle in der Objektextraktionsoption 8 Links und setze Glätten auf 0. Außerdem werden Vorscreenen, Lückenfüllen und Umhüllen nicht gewählt und „exclusion of boundary line“ wird auf „none“ eingestellt. Wähle aus „measurement“ in der Werkzeugleiste „measurement items“ und gib 2 bis 10^7 für den Flächenuntersuchungsbereich ein.

[0219] Das Abdeckungsverhältnis wird berechnet, indem eine quadratische Zone abgegrenzt wird. Dabei wird die Fläche (C) der Zone auf 24000 bis 26000 Pixel eingestellt. Durch „processing“ Binarisierung wird eine automatische Binarisierung durchgeführt, und es wird die Gesamtfläche (D) der siliziumoxidfreien Zone berechnet.

[0220] Anhand der Fläche C der quadratischen Zone und der Gesamtfläche D der siliziumoxidfreien Zone wird unter Verwendung der folgenden Formel das Abdeckungsverhältnis a berechnet.

$$\text{Abdeckungsverhältnis } a(\%) = 100 - (D/C \times 100)$$

[0221] Wie oben erwähnt wurde, erfolgt die Berechnung des Abdeckungsverhältnisses a für mindestens 30 magnetische Tonerpartikel. Als das Abdeckungsverhältnis A der Erfindung wird der Mittelwert aller erzielten Daten genommen.

< Variationskoeffizient für das Abdeckungsverhältnis A >

[0222] Der Variationskoeffizient für das Abdeckungsverhältnis A wird bei der Erfindung wie folgt bestimmt. Der Variationskoeffizient für das Abdeckungsverhältnis A wird unter Verwendung der folgenden Formel erzielt,

wobei $\sigma(A)$ die Standardabweichung für alle Abdeckungsverhältnisdaten, die bei der oben beschriebenen Berechnung des Abdeckungsverhältnisses A verwendet werden, ist.

$$\text{Variationskoeffizient (\%)} = \left\{ \frac{\sigma(A)}{A} \right\} \times 100$$

< Berechnung des Abdeckungsverhältnisses B >

[0223] Das Abdeckungsverhältnis B wird berechnet, indem zunächst die unfixierten anorganischen Feinpartikel auf der Oberfläche des magnetischen Toners entfernt werden und danach die gleiche Vorgehensweise erfolgt, der für die Berechnung des Abdeckungsverhältnisses A gefolgt wurde.

Entfernung der unfixierten anorganischen Feinpartikel

[0224] Die unfixierten anorganischen Feinpartikel werden wie unten beschrieben entfernt. Die Erfinder untersuchten und stellten dann diese Entfernungsbedingungen ein, um die anorganischen Feinpartikel außer denen, die in der Toner Oberfläche eingebettet sind, gründlich zu entfernen.

[0225] Fig. 7 zeigt als ein Beispiel den Zusammenhang zwischen der Ultraschalldispersiondauer und dem nach der Ultraschalldispersion berechneten Abdeckungsverhältnis bei drei verschiedenen externen Zugabestärken für magnetische Toner, bei denen das Abdeckungsverhältnis A unter Verwendung der in Fig. 5 gezeigten Vorrichtung auf 46% gebracht worden war. Fig. 7 wurde erstellt, indem unter Verwendung der gleichen Vorgehensweise wie für die oben beschriebene Berechnung des Abdeckungsverhältnisses A das Abdeckungsverhältnis eines magnetischen Toners berechnet wurde, der bereitgestellt wurde, indem die anorganischen Feinpartikel durch das unten beschriebene Verfahren durch Ultraschalldispersion entfernt wurden und dann getrocknet wurden.

[0226] Fig. 7 zeigt, dass das Abdeckungsverhältnis in Verbindung mit der Entfernung der anorganischen Feinpartikel durch Ultraschalldispersion zurückgeht und dass das Abdeckungsverhältnis für alle externen Zugabestärken durch 20 Minuten lange Ultraschalldispersion auf einen ungefähr konstanten Wert gebracht wird. Darauf beruhend wurde davon ausgegangen, dass eine 30 Minuten lange Ultraschalldispersion für eine gründliche Entfernung der anorganischen Feinpartikel außer den in der Toner Oberfläche eingebetteten anorganischen Feinpartikel sorgt, und das dadurch erzielte Abdeckungsverhältnis wurde als Abdeckungsverhältnis B definiert.

[0227] Im Einzelnen werden 16,0 g Wasser und 4,0 g Contaminon N (Markenname; neutrales Reinigungsmittel von Wako Pure Chemical Industries, Ltd., Produkt Nr. 037-10361) in eine 30 ml große Glasampulle eingeführt und gründlich gemischt. 1,50 g des magnetischen Toners werden in die sich ergebende Lösung eingeführt, und der magnetische Toner wird vollständig untergetaucht, indem am Boden ein Magnet aufgebracht wird. Danach wird der Magnet herumbewegt, um den magnetischen Toner für die Lösung zu konditionieren und Luftblasen zu entfernen.

[0228] Die Spitze eines Ultraschalloszillators UH-50 (Markenname) von SMT Co., Ltd., dessen verwendete Spitze eine Titanlegierungsspitze mit einem Spitzendurchmesser Φ von 6 mm ist, wird so eingeführt, dass sie in der Mitte der Ampulle liegt und sich vom Boden der Ampulle aus bei einer Höhe von 5 mm befindet, und die anorganischen Feinpartikel werden durch Ultraschalldispersion entfernt. Nach der 30 Minuten langen Ultraschallaufbringung wird die gesamte Menge des magnetischen Toners entfernt und getrocknet. Währenddessen wird so wenig Wärme wie möglich aufgebracht, während bei nicht mehr als 30°C Vakuumtrocknen erfolgt.

Berechnung des Abdeckungsverhältnisses B

[0229] Nach dem oben beschriebenen Trocknen wird das Abdeckungsverhältnis des Toners wie das oben beschriebene Abdeckungsverhältnis A berechnet, um das Abdeckungsverhältnis B zu erzielen.

< Verfahren zum Messen des zahlengemittelten Partikeldurchmessers
der Primärpartikel der anorganischen Feinpartikel >

[0230] Der zahlengemittelte Partikeldurchmesser der Primärpartikel der anorganischen Feinpartikel wird anhand des Bilds anorganischer Feinpartikel auf der Oberfläche des magnetischen Toners berechnet, das mit dem ultrahochauflösenden Feldemissionsrasterelektronenmikroskop S-4800 (Markenname) von Hitachi

High-Technologies Corporation aufgenommen wird. Die Bedingungen für die Bildaufnahme mit dem S-4800 sind die Folgenden.

[0231] Es werden die gleichen Schritte (1) bis (3) durchgeführt, die oben bei „Berechnung des Abdeckungsverhältnisses A“ beschrieben wurden; das Fokussieren erfolgt, indem wie in (4) eine Fokuseinstellung bei einer Vergrößerung von 50000X der Oberfläche des magnetischen Toners durchgeführt wird; und die Helligkeit wird dann unter Verwendung des ABC Modus eingestellt. Daraufhin wird die Vergrößerung auf 100000X gebracht, es erfolgt wie in (4) eine Fokuseinstellung unter Verwendung des Fokusknopfs und der Knöpfe STIG-MA/ALIGNMENT, und es wird unter Verwendung von Autofokus fokussiert. Der Fokuseinstellungsvorgang wird wiederholt, um bei 100000X einen Fokus zu erreichen.

[0232] Danach wird der Partikeldurchmesser an mindestens 300 anorganischen Feinpartikeln auf der Oberfläche des magnetischen Toners gemessen und es wird der zahlengemittelte Primärpartikeldurchmesser (D1) bestimmt. Da die anorganischen Feinpartikel auch als Aggregate vorhanden sind, wird dabei der Maximaldurchmesser für das bestimmt, was als das Primärpartikel identifiziert werden kann, und der zahlengemittelte Primärpartikeldurchmesser (D1) wird erzielt, indem der Mittelwert der erzielten Maximaldurchmesser genommen wird.

< Verfahren zum Messen des gewichtsgemittelten Partikeldurchmessers (D4) und
des zahlengemittelten Partikeldurchmessers (D1) des magnetischen Toners >

[0233] Der gewichtsgemittelte Partikeldurchmesser (D4) und der zahlengemittelte Partikeldurchmesser (D1) des magnetischen Toners werden wie folgt berechnet. Das verwendete Messinstrument ist ein „Coulter Counter Multisizer 3“ (eingetragene Marke) von Beckman Coulter, Inc., ein Partikelgrößenverteilungspräzisionsmessinstrument, das mit dem elektrischen Porenwiderstandsprinzip arbeitet und mit einer 100 µm großen Blendenröhre ausgestattet ist. Es werden die Messbedingungen eingestellt, und die Messdaten werden unter Verwendung der zugehörigen speziellen Software, d. h. „Beckman Coulter Multisizer 3“ (eingetragene Marke) Version 3.51 von Beckman Coulter, Inc., analysiert. Die Messungen werden an 25000 Kanälen für die Anzahl effektiver Messkanäle durchgeführt.

[0234] Die für die Messungen verwendete wässrige Elektrolytlösung wird hergestellt, indem Natriumchlorid mit Sonderqualität in ionengetauschtem Wasser gelöst wird, um für eine Konzentration von etwa 1 Masse% zu sorgen, wobei zum Beispiel „ISOTON II“ (von Beckman Coulter, Inc.) verwendet werden kann.

[0235] Die zugehörige Software wird vor der Messung und Analyse wie folgt konfiguriert.

[0236] Im Bildschirm „modify the standard operating method (SOM)“ in der zugehörigen Software wird die Gesamtanzahl im Steuerungsmodus auf 50000 Partikel eingestellt; die Anzahl an Messungen wird auf 1 Mal eingestellt; und der Kd Wert wird auf den Wert eingestellt, der unter Verwendung von „standard particle 10.0 µm“ (von Beckman Coulter, Inc.) erzielt wird. Der Schwellenwert und das Rauschniveau werden automatisch eingestellt, indem die Schaltfläche „threshold value/noise level measurement“ gedrückt wird. Außerdem wird der Strom auf 1600 µA eingestellt, die Verstärkung wird auf 2 eingestellt; der Elektrolyt wird auf ISOTON II eingestellt; und für „post-measurement aperture tube flush“ wird ein Häkchen gesetzt.

[0237] In dem Bildschirm „setting conversion from pulses to particle diameter“ der zugehörigen Software wird das Klassenintervall auf logarithmischen Partikeldurchmesser eingestellt; die Partikeldurchmesserklasse wird auf 256 Partikeldurchmesserklassen eingestellt; und der Partikeldurchmesserbereich wird von 2 µm bis 60 µm eingestellt.

[0238] Der genaue Messablauf ist wie folgt.

(1) Ungefähr 200 ml der oben beschriebenen wässrigen Elektrolytlösung werden in ein 250 ml großes Rundbodenbecherglas eingeführt, das zur Verwendung mit dem Multisizer 3 gedacht ist, und dieses wird in den Probenhalter eingeführt, und mit dem Rührerstab erfolgt mit 24 Umdrehungen pro Sekunde ein Rühren gegen den Uhrzeigersinn. Eine Verschmutzung und Luftblasen innerhalb der Blendenröhre sind zuvor durch die Funktion „aperture flush“ der zugehörigen Software entfernt worden.

(2) Ungefähr 30 ml der oben beschriebenen wässrigen Elektrolytlösung werden in ein 100 ml großes Flachbodenbecherglas eingeführt. Dazu werden als Dispergiermittel etwa 0,3 ml einer verdünnten Lösung eingeführt, die durch eine ungefähr dreifache (Masse) Verdünnung von „Contaminon N“ (Markenname; wässrige Lösung (10 Masse%)) eines neutralen Reinigungsmittels mit einem pH-Wert 7 zum Reinigen

von Präzisionsmessinstrumenten von Wako Pure Chemical Industries Ltd., das ein nichtionisches oberflächenaktives Mittel, ein anionisches oberflächenaktives Mittel und einen organischen Gerüststoff umfasst) mit ionengetauschtem Wasser hergestellt wurde.

(3) Es wird ein „Ultrasonic Dispersion System Tetora 150“ (Markenname) von Nikkaki Bios Co., Ltd. vorbereitet; dies ist ein Ultraschalldispersierer mit einer elektrischen Ausgangsleistung von 120 W, der mit zwei Oszillatoren (Oszillationsfrequenz = 50 kHz) ausgestattet ist, die derart angeordnet sind, dass ihre Phasen um 180° versetzt sind. Ungefähr 3,3 l ionengetauschtes Wasser werden in den Wassertank dieses Ultraschalldispersierers eingefüllt, und ungefähr 2 ml Contaminon N (Markenname) werden dem Wassertank zugegeben.

(4) Der in (2) beschriebene Becher wird in die Becherhalteröffnung auf dem Ultraschalldispersierer gesetzt und der Ultraschalldispersierer wird gestartet. Die Höhe des Bechers wird auf eine solche Weise eingestellt, dass die Resonanzbedingung der Oberfläche der wässrigen Elektrolytlösung innerhalb des Bechers maximal ist.

(5) Während die gemäß (4) eingerichtete wässrige Elektrolytlösung innerhalb des Bechers mit Ultraschall bestrahlt wird, werden ungefähr 10 mg Toner in kleinen Teilproben zur wässrigen Elektrolytlösung zugegeben, und es erfolgt eine Dispergierung. Die Ultraschalldispersierung wird für zusätzliche 60 Sekunden fortgesetzt. Die Wassertemperatur in dem Wasserbad wird während der Ultraschalldispersierung passend gesteuert, so dass sie mindestens 10°C und nicht mehr als 40°C beträgt.

(6) Unter Verwendung einer Pipette wird die dispergierten Toner enthaltende wässrige Elektrolytlösung, die in (5) hergestellt wurde, in den Rundbodenbecher tropfen gelassen, der wie in (1) beschrieben, in den Probenstand gesetzt wird, um für eine Messkonzentration von etwa 5% zu sorgen. Die Messung erfolgt dann, bis die Anzahl an gemessenen Partikeln 50000 erreicht.

(7) Die Messdaten werden durch die zuvor genannte zugehörige Software, die mit dem Instrument zur Verfügung gestellt wird, analysiert und es werden der gewichtsgemittelte Partikeldurchmesser (D4) und der zahlengemittelte Partikeldurchmesser (D1) berechnet. Der „average diameter“ auf dem Bildschirm „analysis/volumetric statistical value (arithmetic average)“ ist der gewichtsgemittelte Partikeldurchmesser (D4), wenn mit der zugehörigen Software graph/volume% eingestellt wird; der „average diameter“ auf dem Bildschirm „analysis/numerical statistical value (arithmetic average)“ ist der zahlengemittelte Partikeldurchmesser (D1), wenn mit der zugehörigen Software graph/number% eingestellt wird.

< Verfahren zum Messen der mittleren Oberflächenrauheit der magnetischen Tonerpartikel >

[0239] Die mittlere Oberflächenrauheit der magnetischen Tonerpartikel wird unter Verwendung eines Raster-sondenmikroskops gemessen. Ein Beispiel des Messverfahrens ist unten angegeben.

Sondenstation: SPI3800N (Markenname) von Seiko Instruments Inc.

Messeinheit: SPA400

Messmodus: DFM (Resonanzmodus) topographisches Bild

Ausleger: SI-DF40P

Auflösung: Zahl an X-Daten = 256, Zahl an Y-Daten = 128

[0240] Bei der Erfindung wird eine 1 µm große quadratische Fläche der Oberfläche des magnetischen Tonerpartikels gemessen. Die gemessene Fläche wird als eine 1 µm große quadratische Fläche in der Mitte der mit dem Raster-sondenmikroskop gemessenen Oberfläche des magnetischen Tonerpartikels verstanden. Für die gemessenen magnetischen Tonerpartikel werden zufällig magnetische Tonerpartikel gewählt, die gleich dem durch das Coulter Counter Verfahren gemessenen gewichtsgemittelten Partikeldurchmesser (D4) sind, und diese magnetischen Tonerpartikel werden gemessen. Mit den Messdaten erfolgt eine Sekundärkorrektur. Es werden mindestens fünf verschiedene magnetische Tonerpartikel gemessen, und der Mittelwert der erzielten Daten wird berechnet und als die mittlere Oberflächenrauheit der magnetischen Tonerpartikel genommen.

[0241] Wenn in dem Fall eines Toners, der durch die externe Zugabe eines externen Zusatzstoffs zu den magnetischen Tonerpartikel zur Verfügung gestellt wird, die Oberfläche eines magnetischen Tonerpartikels unter Verwendung eines Raster-sondenmikroskops gemessen wird, muss der externe Zusatzstoff entfernt werden, und das folgende Verfahren ist ein Beispiel eines bestimmten Verfahrens dafür.

- (1) Gebe 45 mg der magnetischen Tonerpartikel in einen Probenkolben und gebe 10 ml Methanol dazu.
- (2) Trenne den externen Zusatzstoff durch 1 Minute langes Dispergieren der Probe mit einem Ultraschallreiniger.
- (3) Positioniere einen Magnet am Boden der Probenflasche, um die magnetischen Tonerpartikel unbeweglich zu machen und trenne nur den Überstand.
- (4) Führe 2) und 3) insgesamt dreimal durch und trockne die erzielten magnetischen Tonerpartikel gründlich unter Verwendung eines Vakuumtrockners bei Zimmertemperatur.

[0242] Das Fehlen externen Zusatzstoffs wird unter Verwendung eines Rasterelektronenmikroskops bestätigt, um die magnetischen Tonerpartikel zu untersuchen, von denen der externe Zusatzstoff entfernt worden ist, gefolgt von einer Untersuchung der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel mit dem Rastersondenmikroskop. Wenn der externe Zusatzstoff nicht gründlich entfernt worden ist, werden 2) und 3) wiederholt, bis der externe Zusatzstoff gründlich entfernt worden ist, gefolgt von einer Untersuchung der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel mit dem Rastersondenmikroskop.

[0243] Ein Beispiel eines anderen Verfahrens zum Entfernen des externen Zusatzstoffs als 2) und 3) ist das Auflösen des externen Zusatzstoffs mit einer Base. Für die Base wird eine wässrige Lösung aus Natriumhydroxid bevorzugt.

[0244] Im Folgenden wird die mittlere Oberflächenrauheit (Ra) betrachtet.

[0245] Die mittlere Oberflächenrauheit (Ra) ist bei der Erfindung der in JIS B 0601 definierte Mittenrauwert Ra, der dreidimensional aufgeweitet worden ist, um bei einer Messebene anwendbar zu sein. Es ist der Wert, der sich ergibt, wenn der Absolutwert der Ableitung vom Bezugsort zu einer ausgewiesenen Ebene gemittelt wird, und er ist durch die folgende Gleichung gegeben.

$$Ra = \frac{1}{S_0} \int_{Y_B}^{Y_T} \int_{X_L}^{X_R} |F(X,Y) - Z_0| dXdY \quad [\text{Mat. 1}]$$

< Verfahren zum Messen der Freisetzungsrates der Strontiumtitanat-Feinpartikel >

[0246] Um die Strontiumtitanat-Feinpartikel vom magnetischen Toner zu trennen, wird ein elektrostatisches Instrument zum Messen der Ladungsmenge von Kabushiki Kaisha Etwas verwendet. Die Verwendung dieses Messinstruments ermöglicht es, die Strontiumtitanat-Feinpartikel in dem magnetischen Toner wirksam und gründlich zu trennen. Für die Trennung der Strontiumtitanat-Feinpartikel vom magnetischen Toner wurden einmal 5,0 g des magnetischen Toners verwendet.

[0247] Der magnetische Toner wird in die Hülse des Instruments gesetzt, und während eine Einprägungsspannung von -3 kV angelegt wird, wird der Magnet (1000 Gauss) innerhalb der Hülse 1 Minute lang bei 2000 U/min gedreht. Wenn dies geschieht, fliegen nur die Strontiumtitanat-Feinpartikel zur Innenseite eines Zylinders (rostfrei), der durch einen 5 mm großen Spalt getrennt auf dem Umfang der Hülse positioniert ist, während auf der Hülse nur der magnetische Toner zurückbleibt. Dieser magnetische Toner wird als Probe genommen und diese Probe wird einer Röntgenfluoreszenzmessung unterzogen. Dabei wird für das in der Probe (magnetischer Toner) vorhandene Metallelement (Strontium in diesem Fall) die Röntgenintensität gemessen. Die Röntgenfluoreszenzintensität der Strontiumtitanat-Feinpartikel wird sowohl für den magnetischen Toner vor der Trennung der Strontiumtitanat-Feinpartikel als auch den magnetischen Toner nach der Trennung gemessen (Röntgenfluoreszenzintensität [X1] vor der Trennung der Strontiumtitanat-Feinpartikel und Röntgenfluoreszenzintensität [X2] nach der Trennung). Die Freisetzungsrates wird unter Verwendung der folgenden Formel erzielt.

$$\text{Freisetzungsrates Strontiumtitanat-Feinpartikel}(\%) = \{1 - X2/X1\} \times 100$$

Formel:

< Verfahren zum Messen des Gehalts an Strontiumtitanat-Feinpartikeln
in Bezug auf die Gesamtmenge des magnetischen Toners >

[0248] Um den Gehalt der Strontiumtitanat-Feinpartikel in Bezug auf die Gesamtmenge des magnetischen Toners zu messen, wird ein wellenlängendispersiver Röntgenfluoreszenzanalysator „Axios“ (Markenname) von PANalytical B.V. verwendet, und eine mit dem Instrument zur Verfügung gestellte zugehörige Software „SuperQ“ (Markenname) Ver. 4.0F von PANalytical B.V. wird verwendet, um die Messbedingungen einzustellen und die Messdaten zu analysieren. Als Anode der Röntgenröhre wird Rh verwendet; die Messatmosphäre ist ein Vakuum; der Messdurchmesser (Kollimatormaskendurchmesser) beträgt 27 mm; und die Messdauer beträgt 10 Sekunden. Außerdem erfolgt die Erfassung im Fall einer Leichtelementmessung mit einem Proportionalzähler (PC), während die Erfassung im Fall einer Schwerelementerfassung mit einem Szintillationszähler (SC) erfolgt.

[0249] Für die Messprobe werden ungefähr 4 g der Probe zum Pressen in den zugehörigen Aluminiumring eingeführt und ausgeglichen, und 20 Sekunden lang wird unter Verwendung eines Tablettenpressformers „BRE-32“ (Markenname) von Maekawa Testing Machine Mfg. Co., Ltd. 20 MPa Druck aufgebracht, und das Pellet, das mit einer Dicke von ungefähr 2 mm und einem Durchmesser von ungefähr 39 mm geformt wurde, wird als die Messprobe verwendet.

[0250] Die Messung erfolgt unter Verwendung der oben angegebenen Bedingungen; die Elemente werden beruhend auf der Position der erzielten Röntgenpeaks identifiziert; ihre Konzentrationen werden anhand der Zählrate (Einheit: cps) berechnet, die die Anzahl an Röntgenphotonen pro Zeiteinheit ist; und anhand der Kalibrierungskurve wird der Gehalt (Masse%) der Strontiumtitanat-Feinpartikel in Bezug auf die Gesamtmenge magnetischen Toners berechnet.

- Beispiele -

[0251] Die Erfindung wird unten genauer mittels Herstellungsbeispielen und Beispielen beschrieben, doch ist sie keineswegs darauf beschränkt. Die Zahl an Teilen und Prozent in den folgenden Mischungen ist in allen Fällen auf Massebasis, solange nichts anderes angegeben wird.

< Herstellungsbeispiel Strontiumtitanat-Feinpartikel 1 >

[0252] Ein Titanylsulfatpulver wurde in destilliertem Wasser gelöst, um für eine Ti-Konzentration in der Lösung von 1,5 mol/l zu sorgen. Zu dieser Lösung wurden dann Schwefelsäure und destilliertes Wasser zugegeben, um bei Beendigung der Reaktion für eine Schwefelsäurekonzentration von 2,8 mol/l zu sorgen. Indem diese Lösung 36 Stunden lang bei 110°C in einem versiegelten Behälter erhitzt wurde, erfolgte eine Hydrolysereaktion. Danach erfolgte ein Waschen mit Wasser, bis die Schwefelsäure und Verunreinigungen gründlich entfernt worden waren, um eine Metatitansäureschlämme zu erzielen. Zu dieser Schlämme wurde in einer zum Titanoxid äquimolaren Menge Strontiumcarbonat (zahlangemittelter Partikeldurchmesser = 80 nm) zugegeben. Nach einem gründlichem Mischen in dem wässrigen Medium erfolgten ein Waschen und Trocknen, gefolgt von 4 Stunden langem Kalzinieren bei 1000°C, Pulverisation durch mechanischen Stoß und Klassifizierung, um Strontiumtitanat-Feinpartikel 1 mit einem zahlangemitteltem Partikeldurchmesser von 110 nm zu erzielen. Der zahlangemittelte Partikeldurchmesser der erzielten Strontiumtitanat-Feinpartikel 1 ist in Tabelle 1 angegeben.

< Herstellungsbeispiele für Strontiumtitanat-Feinpartikel 2 bis 8 >

[0253] Unter Verwendung der oben beschriebenen Metatitansäureschlämme wurden Strontiumtitanat-Feinpartikel 2 bis 8 erzielt, indem wie in dem Herstellungsbeispiel für Strontiumtitanat-Feinpartikel 1 vorgegangen wurde, der Partikeldurchmesser des verwendeten Strontiumcarbonats und die Brennbedingungen jedoch wie in Tabelle 1 angegeben geändert wurden und die Pulverisierungs- und Klassifizierungsbedingungen passend eingestellt wurden. Der zahlangemittelte Partikeldurchmesser der sich ergebenden Strontiumtitanat-Feinpartikel 2 bis 8 ist in Tabelle 1 angegeben.

< Herstellungsbeispiel Strontiumtitanat-Feinpartikel 9 >

[0254] Eine wasserhaltige Titanoxidschlämme, die durch Hydrolysieren einer wässrigen Titanylsulfatlösung erzielt wurde, wurde mit einer wässrigen alkalischen Lösung gewaschen. Zu dieser wasserhaltigen Titanoxidschlämme wurde dann Salzsäure zugegeben, um den pH-Wert auf 0,7 einzustellen und eine Titanoxidsoldispersion zu erzielen. Der pH-Wert der Dispersion wurde auf 5,0 eingestellt, indem zu der Titanoxidsoldis-

person NaOH zugegeben wurde, und es wurde ein Waschen wiederholt, bis die elektrische Leitfähigkeit des Überstands 70 $\mu\text{S}/\text{cm}$ erreichte.

[0255] Es wurde $\text{Sr}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ in einer Menge zugegeben, die bezogen auf das wässrige Titanoxid auf Molbasis dem 0,98-fachen entsprach, gefolgt von einer Einführung in einen SUS-Reaktor und Ersetzung mit Stickstoffgas. Dann wurde destilliertes Wasser zugegeben, um SrTiO_3 auf 0,5 mol/l zu bringen. Die Schlämme wurde unter der Stickstoffatmosphäre bei 7°C/h auf 80°C erwärmt, und nach dem Erreichen von 80°C erfolgte 6 Stunden lang eine Reaktion. Auf die Reaktion folgte ein Abkühlen auf Raumtemperatur, ein Entfernen des Überstands, ein wiederholtes Waschen mit reinem Wasser und dann eine Filtration mit einem Nutsche-Filter. Der sich ergebende Kuchen wird getrocknet, ohne einen Sinterschritt zu durchlaufen, um Strontiumtitanat-Feinpartikel 9 zu erzielen. Der zahlengemittelte Partikeldurchmesser der Strontiumtitanat-Feinpartikel 9 ist in Tabelle 1 angegeben.

- Tabelle 1 -

	Partikeldurchmesser des anfänglichen SrCO_3 (nm)	Sinter-temperatur (°C)	Sinter-dauer (h)	zahlengemittelter Partikeldurchmesser des Strontiumtitanats (nm)
Strontiumtitanat-Feinpartikel 1	80	900	4	110
Strontiumtitanat-Feinpartikel 2	80	850	6	80
Strontiumtitanat-Feinpartikel 3	150	800	7	200
Strontiumtitanat-Feinpartikel 4	80	800	8	70
Strontiumtitanat-Feinpartikel 5	160	850	5	250
Strontiumtitanat-Feinpartikel 6	180	900	5	300
Strontiumtitanat-Feinpartikel 7	50	900	3	60
Strontiumtitanat-Feinpartikel 8	210	800	7	350
Strontiumtitanat-Feinpartikel 9	-	-	-	100

< Herstellungsbeispiel Magnetkörper 1 >

[0256] Es wurde eine Eisenhydroxid enthaltende wässrige Lösung hergestellt, indem die folgenden Bestandteile in einer wässrigen Lösung aus Eisensulfat gemischt wurden: eine Natriumhydroxidlösung mit einer Wertigkeit von 1,1 in Bezug auf das Eisen, SiO_2 in einer Menge, die in Bezug auf das Eisen 0,60 Masse% Silizium ergab, und Natriumphosphat in einer Menge, die in Bezug auf das Eisen 0,15 Masse% Phosphor ergab. Der pH-Wert der wässrigen Lösung wurde auf 8,0 gebracht, und es wurde eine Oxidationsreaktion bei 85°C laufen gelassen, während Luft eingeblasen wurde, um eine Impfkristalle enthaltende Schlämme herzustellen.

[0257] Dann wurde eine wässrige Eisensulfatlösung zugegeben, um in dieser Schlämme in Bezug auf die Menge der anfänglichen Base (Natriumbestandteil im Natriumhydroxid) für eine Wertigkeit von 1,0 zu sorgen, und anschließend wurde eine Oxidationsreaktion laufen gelassen, während Luft eingeblasen wurde, und die Schlämme wurde bei einem pH-Wert von 7,5 gehalten, um eine magnetisches Eisenoxid enthaltende Schlämme zu erzielen. Die Schlämme wurde gefiltert, gewaschen, getrocknet und gemahlen, um einen magnetischen Körper 1 zu erzielen, der einen zahlengemittelten Primärpartikeldurchmesser von 0,21 μm und für ein Magnetfeld von 79,6 kA/m (1000 Oersted) eine Magnetisierungsstärke von 66,5 Am^2/kg und eine Restmagnetisierung von 4,3 Am^2/kg hatte.

< Herstellungsbeispiel Magnetkörper 2 >

[0258] Es wurde eine Eisenhydroxid enthaltende wässrige Lösung hergestellt, indem die folgenden Bestandteile in einer wässrigen Lösung aus Eisensulfat gemischt wurden: eine Natriumhydroxidlösung mit einer Wertigkeit von 1,1 in Bezug auf das Eisen und SiO₂ in einer Menge, die in Bezug auf das Eisen 0,60 Masse% Silizium ergab. Der pH-Wert der wässrigen Lösung wurde auf 8,0 gebracht, und es wurde eine Oxidationsreaktion bei 85°C laufen gelassen, während Luft eingeblasen wurde, um eine Impfkristalle enthaltende Schlämme herzustellen.

[0259] Dann wurde eine wässrige Eisensulfatlösung zugegeben, um in dieser Schlämme in Bezug auf die Menge der anfänglichen Base (Natriumbestandteil im Natriumhydroxid) für eine Wertigkeit von 1,0 zu sorgen, und anschließend wurde eine Oxidationsreaktion laufen gelassen, während Luft eingeblasen wurde, und die Schlämme wurde bei einem pH-Wert von 8,5 gehalten, um eine magnetisches Eisenoxid enthaltende Schlämme zu erzielen. Diese Schlämme wurde gefiltert, gewaschen, getrocknet und gemahlen, um einen magnetischen Körper 2 zu erzielen, der einen zahlengemittelten Primärpartikeldurchmesser von 0,22 µm und für ein Magnetfeld von 79,6 kA/m (1000 Oersted) eine Magnetisierungsstärke von 66,1 Am²/kg und eine Restmagnetisierung von 5,9 Am²/kg hatte.

< Herstellungsbeispiel Magnetkörper 3 >

[0260] Es wurde eine Eisenhydroxid enthaltende wässrige Lösung hergestellt, indem die folgenden Bestandteile in einer wässrigen Lösung aus Eisensulfat gemischt wurden: eine Natriumhydroxidlösung mit einer Wertigkeit von 1,1 in Bezug auf das Eisen. Der pH-Wert der wässrigen Lösung wurde auf 8,0 gebracht, und es wurde eine Oxidationsreaktion bei 85°C laufen gelassen, während Luft eingeblasen wurde, um eine Impfkristalle enthaltende Schlämme herzustellen.

[0261] Dann wurde eine wässrige Eisensulfatlösung zugegeben, um in dieser Schlämme in Bezug auf die Menge der anfänglichen Base (Natriumbestandteil im Natriumhydroxid) für eine Wertigkeit von 1,0 zu sorgen, und es wurde anschließend eine Oxidationsreaktion laufen gelassen, während Luft eingeblasen wurde, und die Schlämme wurde bei einem pH-Wert von 12,8 gehalten, um eine magnetisches Eisenoxid enthaltende Schlämme zu erzielen. Die Schlämme wurde gefiltert, gewaschen, getrocknet und gemahlen, um einen magnetischen Körper 3 zu erzielen, der einen zahlengemittelten Primärpartikeldurchmesser von 0,20 µm und für ein Magnetfeld von 79,6 kA/m (1000 Oersted) eine Magnetisierungsstärke von 65,9 Am²/kg und eine Restmagnetisierung von 7,3 Am²/kg hatte.

< Herstellung magnetischer Tonerpartikel 1 >

- Styrol/n-Butylacrylat-Copolymer 1 100,0 Masseteile

(St/nBA-Copolymer 1 in Tabelle 2)

(Masseverhältnis von Styrol und n-Butylacrylat = 78 : 22, Glasübergangstemperatur (T_g) = 58 °C, Peakmolekulargewicht = 8500)

- magnetischer Körper 1 95,0 Masseteile

- Polyethylenwachs (Schmelzpunkt: 102°C) 5,0 Masseteile

- Eisenkomplex aus Monoazo-Farbstoff 2,0 Masseteile

(T-77 (Markenname) von Hodogaya Chemical Co., Ltd.)

[0262] Die oben angegebenen Rohmaterialien wurden unter Verwendung eines Henschel-Mischers FM10C (Markenname) von Mitsui Miike Chemical Engineering Machinery Co., Ltd. vorgemischt. Darauf folgte ein Kneten mit einem Doppelschraubenknetter/Extruder PCM-30 (Markenname) von Ikegai Intronworks Corporation, der bei einer Drehgeschwindigkeit von 250 U/min eingestellt wurde, wobei die eingestellte Temperatur so eingestellt wurde, dass sich eine direkte Temperatur in der Umgebung des Auslasses für das geknetete Material von 145°C ergab.

[0263] Das sich ergebende schmelzgeknetete Material wurde gekühlt; das gekühlte schmelzgeknetete Material wurde grob mit einer Schneidmühle pulverisiert; das sich ergebende grob pulverisierte Material wurde unter Verwendung einer Turbo Mill T-250 (Markenname) von Turbo Kogyo Co., Ltd. bei einer Einspeiserate von 25,0 kg/h fein pulverisiert, wobei die Lufttemperatur so eingestellt wurde, dass sich eine Abgastemperatur von 38°C ergab; und es erfolgte eine Klassifizierung unter Verwendung eines auf dem Coanda-Effekt basierenden Mul-

tifraktionsklassifizierers, um magnetische Tonerpartikel 1 mit einem gewichtsgemittelten Partikeldurchmesser (D_4) von $8,4 \mu\text{m}$ und einer mittleren Oberflächenrauheit (R_a) von $42,4 \text{ nm}$ zu erzielen. Die Herstellungsbedingungen für die magnetischen Tonerpartikel 1 sind in Tabelle 2 angegeben.

< Herstellung magnetischer Tonerpartikel 2 >

[0264] Es wurden magnetische Tonerpartikel 2 mit einem gewichtsgemittelten Partikeldurchmesser (D_4) von $8,5 \mu\text{m}$ und einer mittleren Rauheit (R_a) von $42,0 \text{ nm}$ erzielt, indem wie bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 1 vorgegangen wurde, aber bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 1 anstelle des magnetischen Körpers 1 der magnetische Körper 2 verwendet wurde. Die Herstellungsbedingungen für die magnetischen Tonerpartikel 2 sind in Tabelle 2 angegeben.

< Herstellung magnetischer Tonerpartikel 3 >

[0265] Es wurden magnetische Tonerpartikel 3 mit einem gewichtsgemittelten Partikeldurchmesser (D_4) von $8,2 \mu\text{m}$ und einer mittleren Oberflächenrauheit (R_a) von $69,2 \text{ nm}$ erzielt, indem wie bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 2 vorgegangen wurde, die Feinpulverisieruvorrichtung aber zu einem Strahlenmühlenpulverisierer geändert wurde und $3,0 \text{ kg/h}$ für die Einspeiserate und $3,0 \text{ kPa}$ für den Pulverisierungsdruck verwendet wurden. Die Herstellungsbedingungen für die magnetischen Tonerpartikel 3 sind in Tabelle 2 angegeben.

< Herstellung magnetischer Tonerpartikel 4 >

[0266] Es wurden magnetische Tonerpartikel 4 mit einem gewichtsgemittelten Partikeldurchmesser (D_4) von $8,3 \mu\text{m}$ und einer mittleren Oberflächenrauheit (R_a) von $31,2 \text{ nm}$ erzielt, indem wie bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 2 vorgegangen wurde, aber bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 2 die Abgastemperatur der Turbo Mill T-250 (Markenname) auf hohe 48°C gesteuert wurde, um die mittlere Oberflächenrauheit der magnetischen Tonerpartikel nach unten hin einzustellen. Die Herstellungsbedingungen für die magnetischen Tonerpartikel 4 sind in Tabelle 2 angegeben.

< Herstellung magnetischer Tonerpartikel 5 >

[0267] Es wurden magnetische Tonerpartikel 5 mit einem gewichtsgemittelten Partikeldurchmesser (D_4) von $8,1 \mu\text{m}$ und einer mittleren Oberflächenrauheit (R_a) von $67,3 \text{ nm}$ erzielt, indem wie bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 3 vorgegangen wurde, aber bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 3 das Styrol/n-Butylacrylat-Copolymer 1 (Masseverhältnis Styrol und n-Butylacrylat = $78 : 22$, Glasübergangstemperatur (T_g) = 58°C , Peakmolekulargewicht = 8500) zu einem Styrol/n-Butylacrylat-Copolymer 2 (Masseverhältnis Styrol und n-Butylacrylat = $78 : 22$, Glasübergangstemperatur (T_g) = 57°C , Peakmolekulargewicht = 6500 ; St/nBA-Copolymer 2 in Tabelle 2) geändert wurde. Die Herstellungsbedingungen für die magnetischen Tonerpartikel 5 sind in Tabelle 2 angegeben.

< Herstellung magnetischer Tonerpartikel 6 >

[0268] Es wurden magnetische Tonerpartikel 6 mit einem gewichtsgemittelten Partikeldurchmesser (D_4) von $8,1 \mu\text{m}$ und einer mittleren Oberflächenrauheit (R_a) von $65,1 \text{ nm}$ erzielt, indem wie bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 5 vorgegangen wurde, mit Ausnahme dessen, dass die Klassifizierungsbedingungen bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 5 so geändert wurden, dass der Feinstkornanteil enthalten war. Die Herstellungsbedingungen für die magnetischen Tonerpartikel 6 sind in Tabelle 2 angegeben.

< Herstellung magnetischer Tonerpartikel 7 >

[0269] Es wurden magnetische Tonerpartikel 7 mit einem gewichtsgemittelten Partikeldurchmesser (D_4) von $8,3 \mu\text{m}$ und einer mittleren Oberflächenrauheit (R_a) von $68,5 \text{ nm}$ erzielt, indem wie bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 5 vorgegangen wurde, aber bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 5 anstelle des magnetischen Körpers 2 der magnetische Körper 3 verwendet wurde. Die Herstellungsbedingungen für die magnetischen Tonerpartikel 7 sind in Tabelle 2 angegeben.

< Herstellung magnetischer Tonerpartikel 8 >

[0270] Es wurden magnetische Tonerpartikel 8 mit einem gewichtsgemittelten Partikeldurchmesser (D4) von 8,5 µm und einer mittleren Oberflächenrauheit (Ra) von 42,0 nm erzielt, indem wie bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 1 vorgegangen wurde, aber anstelle des magnetischen Körpers 1 der magnetische Körper 3 verwendet wurde. Die Herstellungsbedingungen für die magnetischen Tonerpartikel 8 sind in Tabelle 2 angegeben.

< Herstellung magnetischer Tonerpartikel 9 >

[0271] Es wurden magnetische Tonerpartikel 9 mit einem gewichtsgemittelten Partikeldurchmesser (D4) von 8,1 µm und einer mittleren Oberflächenrauheit (Ra) von 72,1 nm erzielt, indem wie bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 5 vorgegangen wurde, mit Ausnahme dessen, dass bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 5 die Einspeiserate für den Strahlenmühlenpulverisierer 2,0 kg/h betrug und der Pulverisierungsdruck 1,5 kPa betrug und anstelle des magnetischen Körpers 2 der magnetische Körper 3 verwendet wurde. Die Herstellungsbedingungen für die magnetischen Tonerpartikel 9 sind in Tabelle 2 angegeben.

< Herstellung magnetischer Tonerpartikel 10 >

[0272] Es wurden magnetische Tonerpartikel 10 mit einem gewichtsgemittelten Partikeldurchmesser (D4) von 8,0 µm und einer mittleren Oberflächenrauheit (Ra) von 19,8 nm erzielt, indem wie bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 8 vorgegangen wurde, aber bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 8 die sich durch die Klassifizierung ergebenden magnetischen Tonerpartikel 8 einer Oberflächenmodifizierung und einer Feinstkornanteilentfernung unterzogen wurden, indem eine Oberflächenmodifizierungseinrichtung Faculty (Markenname) von Hosokawa Micron Corporation verwendet wurde und 8,6 kg für die Einführmenge fein pulverisierten Produkts pro Zyklus verwendet wurden und die Umfangsdrehgeschwindigkeit des Dispersionsrotors, die Zyklusdauer (Dauer nach Abschluss der Rohmaterialeinspeisung bis zum Öffnen des Auslassventils), die Auslasstemperatur und die Anzahl an Oberflächenbehandlungen beruhend auf den Herstellungsbedingungen in Tabelle 2 eingestellt wurden. Die Herstellungsbedingungen für die magnetischen Tonerpartikel 10 sind in Tabelle 2 angegeben.

< Herstellung magnetischer Tonerpartikel 11 >

[0273] Es wurden magnetische Tonerpartikel 11 mit einem gewichtsgemittelten Partikeldurchmesser (D4) von 8,0 µm und einer mittleren Oberflächenrauheit (Ra) von 67,5 nm erzielt, indem wie bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 5 vorgegangen wurde, mit Ausnahme dessen, dass bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 5 die Klassifizierungsbedingungen so geändert wurden, dass der Feinkornanteil enthalten war. Die Herstellungsbedingungen für die magnetischen Tonerpartikel 11 sind in Tabelle 2 angegeben.

< Herstellung magnetischer Tonerpartikel 12 >

[0274] Es wurden magnetische Tonerpartikel 12 mit einem gewichtsgemittelten Partikeldurchmesser (D4) von 8,1 µm und einer mittleren Oberflächenrauheit (Ra) von 68,2 nm erzielt, indem wie bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 3 vorgegangen wurde, mit Ausnahme dessen, dass bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 3 die Klassifizierungsbedingungen so geändert wurden, dass der Feinkornanteil enthalten war. Die Herstellungsbedingungen für die magnetischen Tonerpartikel 12 sind in Tabelle 2 angegeben.

< Herstellung magnetischer Tonerpartikel 13 >

[0275] Es erfolgte eine externe Zugabe vor einer Heißwindbehandlung, indem unter Verwendung eines Henschel-Mischers FM10C (Markenname) von Mitsui Miike Chemical Engineering Machinery Co., Ltd. 100 Masseteile magnetischer Tonerpartikel 6 mit 0,5 Masseteilen der Siliziumoxid-Feinpartikel gemischt wurden, die bei dem Prozess der externen Zugabe und des Mischens des unten stehenden Herstellungsbeispiels magnetischer Toner 1 verwendet wurden. Die externen Zugabebedingungen waren dabei eine Drehgeschwindigkeit von 3000 U/min und eine Verarbeitungsdauer von 2 Minuten. Nachdem die magnetischen Tonerpartikel dieser externen Zugabe vor einer Heißwindbehandlung unterzogen worden waren, wurden sie dann einer Oberflächenmodifizierung unter Verwendung eines Meteorainbow (Markenname) von Nippon Pneumatic Mfg. Co., Ltd. unterzogen, der eine Einrichtung ist, die unter Verwendung eines Heißwindstoßes die Oberflächenmodifizierung der Tonerpartikel durchführt. Die Oberflächenmodifizierungsbedingungen waren eine Rohmaterialeinspeiserate von 2 kg/h, eine Heißwindströmungsrate von 700 l/min und eine Heißwindausstoßtemperatur

von 300°C. Es wurden magnetische Tonerpartikel 13 mit einem gewichtsgemittelten Partikeldurchmesser (D4) von 8,3 µm und einer mittleren Oberflächenrauheit (Ra) von 4,1 nm erzielt, indem diese Heißwindbehandlung durchgeführt wurde. Die Herstellungsbedingungen für die magnetischen Tonerpartikel 13 sind in Tabelle 2 angegeben.

< Herstellung magnetischer Tonerpartikel 14 >

[0276] Es wurden magnetische Tonerpartikel 14 mit einem gewichtsgemittelten Partikeldurchmesser (D4) von 8,1 µm und einer mittleren Oberflächenrauheit (Ra) von 4,3 nm erzielt, indem wie bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 13 vorgegangen wurde, aber in diesem Fall bei der Herstellung der magnetischen Tonerpartikel 13 für die Zugabemenge der Siliziumoxid-Feinpartikel bei der externen Zugabe vor der Heißwindbehandlung 1,5 Masseteile verwendet wurden. Die Herstellungsbedingungen für die magnetischen Tonerpartikel 14 sind in Tabelle 2 angegeben.

- Tabelle 2 -

	Bin- de- mittel- harz	ma- gneti- scher Körper	Zu- gabe- menge Wachs	Pul- ver- sie- rungs- ein- rich- tung	Pulver- ierungs- bedingun- gen am mechani- schen Pul- verisierer		Luft- tempe- ratur am me- chani- schen Pulve- risierer	Oberflächenrordifizie- rungsbedingungen			Klas- sifi- zierungs- bedin- gungen	Mitt- lere Ober- flä- chen- rau- heit (nm)
					Ein- spei- se- rate (kg/ h)	Pul- ver- sie- rungs- druck (kPa)		Ab- gas- tempe- ratur wäh- rend Pulve- risie- rung	Um- fangs- ge- schw. Dis- persi- ons- rotor (m/s)	Zy- klus- dauer (s)		
magneti- sche To- nerpar- tikel 1	St/ nBA- Co- poly- mer 1	ma- gneti- scher Kör- per 1	5 Mas- seteile Poly- ethy- len	Tur- bo Mill	25, 0	-	38°C	-	-	-	Be- din- gung 1	42, 1
magneti- sche To- nerpar- tikel 2	St/ nBA- Co- poly- mer 1	ma- gneti- scher Kör- per 2	5 Mas- seteile Poly- ethy- len	Tur- bo Mill	25, 0	-	38°C	-	-	-	Be- din- gung 1	42, 5
magneti- sche To- nerpar- tikel 3	St/ nBA- Co- poly- mer 1	ma- gneti- scher Kör- per 2	5 Mas- seteile Poly- ethy- len	Jet Mill	3,0	3,0	-	-	-	-	Be- din- gung 1	69, 1
magneti- sche To- nerpar- tikel 4	St/ nBA- Co- poly- mer 1	ma- gneti- scher Kör- per 2	5 Mas- seteile Poly- ethy- len	Tur- bo Mill	25, 0	-	48°C	-	-	-	Be- din- gung 1	31, 0

	Bin- de- mittel- harz	ma- gneti- scher Körper	Zu- gabe- menge Wachs	Pul- ver- sie- rungs- ein- rich- tung	Pulver- ierungs- bedingun- gen am mechani- schen Pul- verisierer		Luft- tempe- ratur am me- chani- schen Pulve- risierer	Oberflächenrordifizie- rungsbedingungen			Klas- sifi- zie- rungs- be- din- gen	Mitt- lere Ober- flä- chen- rau- heit (nm)
					Ein- spei- se- rate (kg/ h)	Pul- ver- sie- rungs- druck (kPa)		Ab- gas- tempe- ratur wäh- rend Pulve- risie- rung	Um- fangs- ge- schw. Dis- persi- ons- rotor (m/s)	Zy- klus- dau- er (s)		
magneti- sche To- nerpar- tikel 5	St/ nBA- Co- poly- mer 2	ma- gneti- scher Kör- per 2	5 Mas- seteile Poly- ethy- len	Jet Mill	3,0	3,0	-	-	-	-	Be- din- gung 1	67, 9
magneti- sche To- nerpar- tikel 6	St/ nBA- Co- poly- mer 2	ma- gneti- scher Kör- per 2	5 Mas- seteile Poly- ethy- len	Jet Mill	3,0	3,0	-	-	-	-	Be- din- gung 2	67, 2
magneti- sche To- nerpar- tikel 7	St/ nBA- Co- poly- mer 2	ma- gneti- scher Kör- per 3	5 Mas- seteile Poly- ethy- len	Jet Mill	3,0	3,0	-	-	-	-	Be- din- gung 1	68, 5
magneti- sche To- nerpar- tikel 8	St/ nBA- Co- poly- mer 1	ma- gneti- scher Kör- per 3	5 Mas- seteile Poly- ethy- len	Tur- bo Mill	25, 0	-	38°C	-	-	-	Be- din- gung 1	42, 8
magneti- sche To- nerpar- tikel 9	St/ nBA- Co- poly- mer 2	ma- gneti- scher Kör- per 3	5 Mas- seteile Poly- ethy- len	Jet Mill	2,0	1,5	-	-	-	-	Be- din- gung 1	72, 1
magneti- sche To- nerpar- tikel 10	St/ nBA- Co- poly- mer 1	ma- gneti- scher Kör- per 3	5 Mas- seteile Poly- ethy- len	Tur- bo Mill	25, 0	-	38°C	130	82	38	Be- din- gung 1	19, 8
magneti- sche To- nerpar- tikel 11	St/ nBA- Co- poly- mer 2	ma- gneti- scher Kör- per 2	5 Mas- seteile Poly- ethy- len	Jet Mill	3,0	3,0	-	-	-	-	Be- din- gung 3	67, 5

	Bin- de- mittel- harz	ma- gneti- scher Körper	Zu- gabe- menge Wachs	Pul- ver- sie- rungs- ein- rich- tung	Pulver- ierungs- bedingun- gen am mechani- schen Pul- verisierer		Luft- tempe- ratur am me- chani- schen Pulve- risierer	Oberflächenrordifizie- rungsbedingungen			Klas- sifi- zierungs- bedin- gun- gen	Mitt- lere Ober- flä- chen- rau- heit (nm)
					Ein- spei- se- rate (kg/ h)	Pul- ver- sie- rungs- druck (kPa)		Ab- gas- tempe- ratur wäh- rend Pulve- risie- rung	Um- fangs- ge- schw. Dis- persi- ons- rotor (m/s)	Zy- klus- dauer (s)		
magneti- sche To- nerpar- tikel 12	St/ nBA- Co- poly- mer 1	ma- gneti- scher Kör- per 2	5 Mas- seteile Poly- ethy- len	Jet Mill	3,0	3,0	-	-	-	-	Be- din- gung 2	68, 2
magneti- sche To- nerpar- tikel 13	St/ nBA- Co- poly- mer 2	ma- gneti- scher Kör- per 2	5 Mas- seteile Poly- ethy- len	Jet Mill	3,0	3,0	-	-	-	-	Be- din- gung 2	4,1
magneti- sche To- nerpar- tikel 14	St/ nBA- Co- poly- mer 2	ma- gneti- scher Kör- per 2	5 Mas- seteile Poly- ethy- len	Jet Mill	3,0	3,0	-	-	-	-	Be- din- gung 2	4,3

< Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 1 >

[0277] Unter Verwendung der in **Fig. 5** gezeigten Vorrichtung erfolgte mit den magnetischen Tonerpartikeln 1, für die durch das Herstellungsbeispiel magnetische Tonerpartikel 1 gesorgt wurde, ein Prozess einer externen Zugabe und eines Mischens.

[0278] In diesem Beispiel wurde für eine externe Vorabzugabe ein Henschel-Mischer FM-10C (Markenname) von Mitsui Miike Chemical Engineering Machinery Co., Ltd. verwendet, gefolgt von einer externen Hauptzugabe unter Verwendung der in **Fig. 5** gezeigten Vorrichtung, bei der der Durchmesser des Innenumfangs des Hauptgehäuses **1** 130 mm betrug, die Vorrichtung ein Volumen für den Verarbeitungsraum **9** von $2,0 \times 10^{-3} \text{ m}^3$ hatte, die Nennleistung für das Antriebsbauteil **8** 5,5 kW betrug und das Rührbauteil **3** die in **Fig. 6** gegebene Form hatte. Die Überlappungsbreite **d** in **Fig. 6** zwischen dem Rührbauteil **3a** und dem Rührbauteil **3b** betrug bezogen auf die Maximalbreite **D** des Rührbauteils **3** 0,25 **D**, und der Zwischenraum zwischen dem Rührbauteil **3** und dem Innenumfang des Hauptgehäuses **1** betrug 3,0 mm.

[0279] 100 Masseteile der magnetischen Tonerpartikel 1 und 2,0 Masseteile der unten beschriebenen Siliziumoxid-Feinpartikel 1 wurden in einen Henschel-Mischer eingeführt.

[0280] Die Siliziumoxid-Feinpartikel 1 wurden erzielt, indem 100 Masseteile eines Siliziumoxids mit einer spezifischen BET-Oberfläche von $130 \text{ m}^2/\text{g}$ und einem zahlengemittelten Primärpartikeldurchmesser (**D1**) von 16 nm mit 10 Masseteilen Hexamethyldisilazan und dann mit 10 Masseteilen Dimethylsilikonöl behandelt wurden.

[0281] Es erfolgte ein Vormischen, um die magnetischen Tonerpartikel und die Siliziumoxid-Feinpartikel gleichmäßig zu mischen. Die Vormischbedingungen waren wie folgt: Klingendrehgeschwindigkeit von 4000 U/min für 1 Minute Verarbeitung.

[0282] Der Prozess der externen Zugabe und des Mischens erfolgte mit der in **Fig. 5** gezeigten Vorrichtung, sobald das Vormischen beendet war. Bezüglich der Bedingungen für den Prozess der externen Zugabe und des Mischens betrug die Verarbeitungsdauer 5 Minuten, und die Umfangsgeschwindigkeit des äußersten Endes des Rührbauteils **3** wurde so eingestellt, dass sich eine konstante Leistung des Antriebsbauteils **8** von 0,9 W/g (Drehgeschwindigkeit des Antriebsbauteils **8** von 2750 U/min) ergab. Nach der Beendigung der ersten Phase der externen Zugabe wurden Strontiumtitanat-Feinpartikel 1 zugegeben, sodass sich in Bezug auf die Gesamtmasse des magnetischen Toners 0,3 Masse% ergaben, und es erfolgte ein Prozess einer externen Zugabe und eines Mischens. Bezüglich der Bedingungen für den Prozess der externen Zugabe und des Mischens betrug die Verarbeitungsdauer 1 Minute, und die Umfangsgeschwindigkeit des äußersten Endes des Rührbauteils **3** wurde so eingestellt, dass sich eine konstante Leistung des Antriebsbauteils **8** von 0,9 W/g (eine Drehgeschwindigkeit des Antriebsbauteils **8** von 2750 U/min) ergab. Die Bedingungen für den Prozess der externen Zugabe und des Mischens sind in Tabelle 3 angegeben.

[0283] Nach dem Prozess der externen Zugabe und des Mischens wurden die groben Partikel und so weiter unter Verwendung eines kreisförmigen Vibrationssiebs entfernt, das mit einem Sieb ausgestattet war, das einen Durchmesser von 500 nm und eine Öffnung von 75 µm hatte, um den magnetischen Toner **1** zu erzielen. Es wurde ein Wert von 18 nm erzielt, als der magnetische Toner **1** einer Vergrößerung und Untersuchung mit einem Rasterelektronenmikroskop unterzogen wurde und der zahlengemittelte Partikeldurchmesser der Primärpartikel der Siliziumoxid-Feinpartikel auf der Oberfläche des magnetischen Toners gemessen wurde. Die externen Zugabebedingungen und Eigenschaften des magnetischen Toners **1** sind jeweils in Tabelle 3 und Tabelle 4 angegeben.

< Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 2 >

[0284] Es wurde ein magnetischer Toner **2** erzielt, indem der gleichen Vorgehensweise wie bei dem Herstellungsbeispiel magnetischer Toner **1** gefolgt wurde, mit Ausnahme dessen, dass bei dem Herstellungsbeispiel magnetischer Toner **1** an die Stelle der magnetischen Tonerpartikel **1** die magnetischen Tonerpartikel **2** traten.

< Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 3 >

[0285] Es wurde ein magnetischer Toner **3** erzielt, indem der gleichen Vorgehensweise wie im Herstellungsbeispiel magnetischer Toner **2** gefolgt wurde, mit Ausnahme dessen, dass anstelle der Siliziumoxid-Feinpartikel **1** Siliziumoxid-Feinpartikel **2** verwendet wurden. Die Siliziumoxid-Feinpartikel **2** wurden erzielt, indem die gleiche Oberflächenbehandlung wie mit den Siliziumoxid-Feinpartikeln **1** durchgeführt wurde, aber mit einem Siliziumoxid, das eine spezifische BET-Oberfläche von 200 m²/g und einen zahlengemittelten Primärpartikeldurchmesser (D1) von 12 nm hatte. Es wurde ein Wert von 14 nm erzielt, als der magnetische Toner **3** einer Vergrößerung und Untersuchung mit einem Rasterelektronenmikroskop unterzogen wurde und der zahlengemittelte Partikeldurchmesser der Primärpartikel der Siliziumoxid-Feinpartikel auf der Oberfläche des magnetischen Toners gemessen wurde. Die externen Zugabebedingungen und Eigenschaften des magnetischen Toners **3** sind in Tabelle 3 und Tabelle 4 angegeben.

< Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 4 >

[0286] Es wurde ein magnetischer Toner **4** erzielt, indem der gleichen Vorgehensweise wie bei dem Herstellungsbeispiel magnetischer Toner **2** gefolgt wurde, mit Ausnahme dessen, dass anstelle der Siliziumoxid-Feinpartikel **1** Siliziumoxid-Feinpartikel **3** verwendet wurden. Die Siliziumoxid-Feinpartikel **3** wurden erzielt, indem die gleiche Oberflächenbehandlung wie mit den Siliziumoxid-Feinpartikeln **1** durchgeführt wurde, aber mit einem Siliziumoxid, das eine spezifische BET-Oberfläche von 90m²/g und einen zahlengemittelten Primärpartikeldurchmesser (D1) von 25 nm hatte. Als der magnetische Toner **4** mit einem Rasterelektronenmikroskop untersucht wurde, wurde ein Wert von 28 nm erzielt, als der zahlengemittelte Partikeldurchmesser der Primärpartikel der Siliziumoxid-Feinpartikel auf der Oberfläche des magnetischen Toners gemessen wurde. Die externen Zugabebedingungen und Eigenschaften des magnetischen Toners **4** sind in Tabelle 3 und Tabelle 4 angegeben.

< Herstellungsbeispiele magnetische Toner 5 bis 9, 12 bis 38 und 41 bis 43 und Herstellungsbeispiele magnetische Vergleichstoner 1 bis 25 >

[0287] Es wurden magnetische Toner 5 bis 9, 12 bis 38 und 41 bis 43 und magnetische Vergleichstoner 1 bis 25 erzielt, indem bei dem Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 1 anstelle der Strontiumtitanat-Feinpartikel 1 die in Tabelle 3 angegebenen Strontiumtitanat-Feinpartikel verwendet wurden, indem bei dem Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 1 anstelle der magnetischen Tonerpartikel 1 die in Tabelle 3 angegebenen magnetischen Tonerpartikel verwendet wurden und indem unter Verwendung der in Tabelle 3 angegebenen externen Zugaberezepte, externen Zugabevorrichtungen und externen Zugabebedingungen die jeweiligen externen Zugabeverarbeitungen durchgeführt wurden. In dem Fall der magnetischen Toner 5 bis 9, 12 bis 38 und 41 bis 43 und der magnetischen Vergleichstoner 1 bis 12 und 16 und 17 wurden die Strontiumtitanat-Feinpartikel nach der externen Zugabeverarbeitung unter Verwendung der in **Fig. 5** gezeigten Vorrichtung eingeführt und die Verarbeitung erfolgte 1 Minute lang unter den in Tabelle 3 angegebenen externen Zugabebedingungen. Ansonsten wurden die Strontiumtitanat-Feinpartikel gleichzeitig wie die Siliziumoxid-Feinpartikel eingeführt. Die Eigenschaften der magnetischen Toner 5 bis 9, 12 bis 38 und 41 bis 43 und der magnetischen Vergleichstoner 1 bis 25 sind in Tabelle 4 angegeben.

[0288] Für die in Tabelle 3 ausgewiesenen Titanoxid-Feinpartikel wurden Anatastitanoxid-Feinpartikel (spezifische BET-Oberfläche: $80\text{m}^2/\text{g}$, zahlengemittelter Primärpartikeldurchmesser (D1): 15 nm, mit Isobutyltrimethoxysilan (12 Masse%) behandelt) verwendet, und für die in Tabelle 3 ausgewiesenen Aluminiumoxid-Feinpartikel wurden Aluminiumoxid-Feinpartikel (spezifische BET-Oberfläche: $80\text{m}^2/\text{g}$, zahlengemittelter Primärpartikeldurchmesser (D1): 17 nm, mit Isobutyltrimethoxysilan (10 Masse%) behandelt) verwendet.

[0289] In dem Fall der magnetischen Toner 12 bis 38 und der magnetischen Vergleichstoner 1 bis 12 und 16 und 17 erfolgte kein Vormischen mit dem Henschel-Mischer und der Prozess der externen Zugabe und des Mischens wurde unmittelbar nach dem Einführen ausgeführt. Der in Tabelle 3 ausgewiesene Hybridisierer ist der Hybridizer Model 5 (Markenname) von Nara Machinery Co., Ltd., und der in Tabelle 3 ausgewiesene Henschel-Mischer ist der FM10C (Markenname) von Mitsui Miike Chemical Engineering Machinery Co., Ltd..

< Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 10 >

[0290] Der Prozess der externen Zugabe und des Mischens erfolgte gemäß der folgenden Vorgehensweise unter Verwendung des gleichen Vorrichtungsaufbaus wie der Vorrichtung von **Fig. 5**, die die gleiche wie im Herstellungsverfahren magnetischer Toner 1 ist.

[0291] Wie in Tabelle 3 angegeben ist, wurden die Siliziumoxid-Feinpartikel 1 (2,00 Masseteile), die im Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 2 zugegeben wurden, zu Siliziumoxid-Feinpartikeln 1 (1,70 Masseteile) und Titanoxid-Feinpartikeln (0,30 Masseteile) geändert.

[0292] Zunächst wurden 100 Masseteile der magnetischen Tonerpartikel 2, 0,70 Masseteile der Siliziumoxid-Feinpartikel 1 und 0,30 Masseteile der Titanoxid-Feinpartikel eingeführt, und dann erfolgte das gleiche Vormischen wie im Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 2.

[0293] Bei dem Prozess der externen Zugabe und des Mischens, der durchgeführt wurde, sobald das Vormischen beendet war, erfolgte die Verarbeitung für eine Verarbeitungsdauer von 2 Minuten, während die Umfangsgeschwindigkeit des äußersten Endes des Rührbauteils **3** so eingestellt wurde, dass sich eine konstante Leistung des Antriebsbauteils **8** von $0,9\text{ W/g}$ (eine Drehgeschwindigkeit des Antriebsbauteils **8** von 2750 U/min) ergab, wonach der Mischprozess vorübergehend angehalten wurde. Dann erfolgte das ergänzende Einführen der übrigen Siliziumoxid-Feinpartikel 1 (1,00 Masseteile in Bezug auf 100 Masseteile der magnetischen Tonerpartikel), gefolgt von einem erneuten Verarbeiten für eine Verarbeitungsdauer von 3 Minuten, während die Umfangsgeschwindigkeit des äußersten Endes des Rührbauteils **3** so eingestellt wurde, dass sich eine konstante Leistung des Antriebsbauteils **8** von $0,9\text{ W/g}$ (eine Drehgeschwindigkeit des Antriebsbauteils **8** von 2750 U/min) ergab, was eine Gesamtdauer für den Prozess der externen Zugabe und des Mischens von 5 Minuten ergab.

[0294] Nach Abschluss der ersten Phase der externen Zugabe wurden in Bezug auf die Gesamtmasse des magnetischen Toners $0,3\text{ Masse\%}$ Strontiumtitanat-Feinpartikel 1 zugegeben und es erfolgte ein Prozess einer externen Zugabe und eines Mischens. In Bezug auf die Bedingungen für den Prozess der externen Zugabe und des Mischens betrug die Verarbeitungsdauer 1 Minute, und die Umfangsgeschwindigkeit des äußersten Endes des Rührbauteils **3** wurde so eingestellt, dass sich eine konstante Leistung des Antriebsbauteils **8** von

0,9 W/g (eine Drehgeschwindigkeit des Antriebsbauteils **8** von 2750 U/min) ergab. Die Bedingungen für den Prozess der externen Zugabe und des Mischens sind in Tabelle 3 angegeben.

[0295] Nach dem Prozess der externen Zugabe und des Mischens wurden die groben Partikel und so weiter wie im Herstellungsbeispiel magnetischer Toner **2** unter Verwendung eines kreisförmigen Vibrationssiebs entfernt, um den magnetischen Toner 10 zu erzielen. Die externen Zugabebedingungen für den magnetischen Toner 10 sind in Tabelle 3 angegeben und die Eigenschaften des magnetischen Toners 10 sind in Tabelle 4 angegeben.

< Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 11 >

[0296] Der Prozess der externen Zugabe und des Mischens erfolgte entsprechend der folgenden Vorgehensweise unter Verwendung der gleichen Vorrichtungsgestaltung wie die der Vorrichtung in **Fig. 5** im Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 1.

[0297] Wie in Tabelle 3 angegeben ist, wurden die Siliziumoxid-Feinpartikel 1 (2,00 Masseteile), die im Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 2 zugegeben wurden, zu Siliziumoxid-Feinpartikeln 1 (1,70 Masseteile) und Titanoxid-Feinpartikeln (0,30 Masseteile) geändert.

[0298] Zunächst wurden 100 Masseteile der magnetischen Tonerpartikel 2 und 1,70 Masseteile der Siliziumoxid-Feinpartikel 1 eingeführt und dann erfolgte das gleiche Vormischen wie im Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 2.

[0299] In dem Prozess der externen Zugabe und des Mischens, der durchgeführt wurde, sobald das Vormischen beendet war, erfolgte eine Verarbeitung für eine Verarbeitungsdauer von 2 Minuten, während die Umfangsgeschwindigkeit des äußersten Endes des Rührbauteils **3** so eingestellt wurde, dass sich eine konstante Leistung des Antriebsbauteils **8** von 0,9 W/g (Drehgeschwindigkeit des Antriebsbauteils **8** von 2750 U/min) ergab, wonach der Mischprozess vorübergehend angehalten wurde. Dann erfolgte das ergänzende Einführen der übrigen Titanoxid-Feinpartikel (0,3 Masseteile in Bezug auf 100 Masseteile der magnetischen Tonerpartikel), gefolgt von einer erneuten Verarbeitung für eine Verarbeitungsdauer von 3 Minuten, während die Umfangsgeschwindigkeit des äußersten Endes des Rührbauteils **3** so eingestellt wurde, dass sich eine konstante Leistung des Antriebsbauteils **8** von 0,9 W/g (Drehrate des Antriebsbauteils **8** von 2750 U/min) ergab, was eine Gesamtdauer des Prozesses der externen Zugabe und des Mischens von 5 Minuten ergab.

[0300] Nach Abschluss der ersten Phase externer Zugabe wurden in Bezug auf die Gesamtmasse des magnetischen Toners 0,3 Masse% Strontiumtitanat-Feinpartikel 1 zugegeben und es erfolgte ein Prozess einer externen Zugabe und eines Mischens. In Bezug auf die Bedingungen für den Prozess der externen Zugabe und des Mischens betrug die Verarbeitungsdauer 1 Minute, und die Umfangsgeschwindigkeit des äußersten Endes des Rührbauteils **3** wurde so eingestellt, dass sich eine konstante Leistung des Antriebsbauteils **8** von 0,9 W/g (Drehgeschwindigkeit des Antriebsbauteils **8** von 2750 U/min) ergab. Die Bedingungen für den Prozess der externen Zugabe und des Mischens sind in Tabelle 3 angegeben.

[0301] Nach dem Prozess der externen Zugabe und des Mischens wurden die groben Partikel und so weiter wie im Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 2 unter Verwendung eines kreisförmigen Vibrationssiebs entfernt, um den magnetischen Toner 11 zu erzielen. Die externen Zugabebedingungen für den magnetischen Toner 11 sind in Tabelle 3 angegeben und die Eigenschaften des magnetischen Toners 11 sind in Tabelle 4 angegeben.

< Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 39 >

[0302] Es wurde ein magnetischer Toner 39 erzielt, indem wie im Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 2 vorgegangen wurde, mit Ausnahme dessen, dass anstelle der magnetischen Tonerpartikel 2 die magnetischen Tonerpartikel 8 verwendet wurden und die Zugabe von 2,00 Masseteilen der Siliziumoxid-Feinpartikel 1 zu 100 Masseteilen (500g) der magnetischen Tonerpartikel zu 1,80 Masseteilen geändert wurde. Die externen Zugabebedingungen für den magnetischen Toner 39 sind in Tabelle 3 angegeben und die Eigenschaften des magnetischen Toners 39 sind in Tabelle 4 angegeben.

< Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 40 >

[0303] Es wurde ein magnetischer Toner 40 erzielt, indem wie im Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 4 vorgegangen wurde, mit Ausnahme dessen, dass anstelle der magnetischen Tonerpartikel 2 die magnetischen Tonerpartikel 8 verwendet wurden und die Zugabe von 2,00 Masseteilen der Siliziumoxid-Feinpartikel 3 zu 100 Masseteilen (500 g) der magnetischen Tonerpartikel zu 1,80 Masseteilen geändert wurden. Die externen Zugabebedingungen für den magnetischen Toner 40 sind in Tabelle 3 angegeben und die Eigenschaften des magnetischen Toners 40 sind in Tabelle 4 angegeben.

< Herstellungsbeispiel magnetischer Vergleichstoner 26 >

[0304] Es wurde ein magnetischer Vergleichstoner 26 erzielt, indem der gleichen Vorgehensweise wie im Herstellungsbeispiel magnetischer Toner 2 gefolgt wurde, mit Ausnahme dessen, dass anstelle der Siliziumoxid-Feinpartikel 1 Siliziumoxid-Feinpartikel 4 verwendet wurden. Die Siliziumoxid-Feinpartikel 4 wurden erzielt, indem die gleiche Oberflächenbehandlung wie mit den Siliziumoxid-Feinpartikeln 1 durchgeführt wurde, aber mit einem Siliziumoxid, das eine spezifische BET-Oberfläche von 30 m²/g und einen zahlengemittelten Primärpartikeldurchmesser (D1) von 51 nm hatte. Es wurde ein Wert von 53 nm erzielt, als der magnetische Vergleichstoner 26 einer Vergrößerung und Untersuchung mit einem Rasterelektronenmikroskop unterzogen wurde und der zahlengemittelte Partikeldurchmesser der Primärpartikel der Siliziumoxid-Feinpartikel auf der Oberfläche des magnetischen Toners gemessen wurde. Die externen Zugabebedingungen für den magnetischen Toner 26 sind in Tabelle 3 angegeben und die Eigenschaften des magnetischen Toners 26 sind in Tabelle 4 angegeben.

- Tabelle 3-1 -

	magnetische Tonerpartikel	Siliziumoxid-Feinpartikel (Masseteile)	Aluminiumoxid-Feinpartikel (Masseteile)	Titanoxid-Feinpartikel (Masseteile)	Strontiumtitanat-Feinpartikel	Strontiumtitanat-Feinpartikel (Masse%)	externe Zugabevorrichtung	Betriebsbedingungen für externe Zugabevorrichtung	Betriebsdauer durch externe Zugabevorrichtung
magnetischer Toner 1	magnetische Tonerpartikel 1	2,00	-	-	Strontiumtitanat-Feinpartikel 1	0,3	Vorrichtung von Fig. 5	0,9 W/g	5 min +1 min
magnetischer Toner 2	magnetische Tonerpartikel 2	2,00	-	-	Strontiumtitanat-Feinpartikel 1	0,3	Vorrichtung von Fig. 5	0,9 W/g	5 min +1 min
magnetischer Toner 3	magnetische Tonerpartikel 2	2,00	-	-	Strontiumtitanat-Feinpartikel 1	0,3	Vorrichtung von Fig. 5	0,9 W/g	5 min +1 min
magnetischer Toner 4	magnetische Tonerpartikel 2	2,00	-	-	Strontiumtitanat-Feinpartikel 1	0,3	Vorrichtung von Fig. 5	0,9 W/g	5 min +1 min
magnetischer Toner 5	magnetische Tonerpartikel 3	2,00	-	-	Strontiumtitanat-Feinpartikel 1	0,3	Vorrichtung von Fig. 5	0,9 W/g	5 min +1 min

	magne- tische Toner- partikel	Silizi- um- oxid- Fein- partikel (Mas- seteile)	Alumi- nium- oxid- Fein- partikel (Masse- teile)	Titan- oxid- Fein- partikel (Mas- seteile)	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel (Masse%)	ex- terne Zu- ga- be- vor- rich- tung	Betriebs- bedin- gungen für exter- ne Zu- gabevor- richtung	Be- triebs- dauer durch externe Zuga- bevor- richtung
ma- gneti- scher To- ner 6	magneti- sche To- nerpar- tikel 4	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 1	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	0,9 W/g	5 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 7	magneti- sche To- nerpar- tikel 2	1,80	-	0,20	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 1	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	0,9 W/g	5 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 8	magneti- sche To- nerpar- tikel 2	1,70	-	0,30	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 1	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	0,9 W/g	5 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 9	magneti- sche To- nerpar- tikel 2	1,70	0,15	0,15	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 1	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	0,9 W/g	5 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 10	magneti- sche To- nerpar- tikel 2	1,70	-	0,30	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 1	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	0,9 W/g	5 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 11	magneti- sche To- nerpar- tikel 2	1,70	-	0,30	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 1	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	0,9 W/g	5 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 12	magneti- sche To- nerpar- tikel 5	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 1	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Von- mischen 0,9 W/g	5 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 13	magneti- sche To- nerpar- tikel 5	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 1	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 14	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 1	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min

	magne- tische Toner- partikel	Silizi- um- oxid- Fein- partikel (Mas- seteile)	Alumi- nium- oxid- Fein- partikel (Mas- seteile)	Titan- oxid- Fein- partikel (Mas- seteile)	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel (Masse%)	ex- terne Zu- ga- be- vor- rich- tung	Betriebs- bedin- gungen für exter- ne Zu- gabevor- richtung	Be- triebs- dauer durch externe Zuga- bevor- richtung
ma- gneti- scher To- ner 15	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 1	1,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 16	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 1	1,5	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 17	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 1	2,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 18	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 2	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 19	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 3	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 20	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 4	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 21	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 5	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 22	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,00	-	-	Stronti- umtitanat - Feinpar- tikel 6	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 23	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min

	magne- tische Toner- partikel	Silizi- um- oxid- Fein- partikel (Masse- teile)	Alumi- nium- oxid- Fein- partikel (Masse- teile)	Titan- oxid- Fein- partikel (Masse- teile)	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel (Masse%)	ex- terne Zu- ga- be- vor- rich- tung	Betriebs- bedin- gungen für exter- ne Zu- gabevor- richtung	Be- triebs- dauer durch externe Zuga- bevor- richtung
ma- gneti- scher To- ner 24	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 6	0,1	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 25	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	0,1	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 26	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 6	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 27	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 28	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,60	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 29	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,25	-	0,35	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 30	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,25	0,17	0,18	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 31	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	1,50	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 32	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	1,28	-	0,22	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min

	magne- tische Toner- partikel	Silizi- um- oxid- Fein- partikel (Mas- seteile)	Alumi- nium- oxid- Fein- partikel (Masse- teile)	Titan- oxid- Fein- partikel (Mas- seteile)	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel (Masse%)	ex- terne Zu- ga- be- vor- rich- tung	Betriebs- bedin- gungen für exter- ne Zu- gabevor- richtung	Be- triebs- dauer durch externe Zuga- bevor- richtung
ma- gneti- scher To- ner 33	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	1,28	0,10	0,12	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 34	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	1,50	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 1,5 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 35	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	1,50	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,6 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 36	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,60	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,6 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 37	magneti- sche To- nerpar- tikel 6	2,60	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 1,5 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 38	magneti- sche To- nerpar- tikel 7	2,60	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 1,5 W/g	3 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 39	magneti- sche To- nerpar- tikel 8	1,80	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	0,9 W/g	5 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 40	magneti- sche To- nerpar- tikel 8	1,80	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	0,9 W/g	5 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 41	magneti- sche To- nerpar- tikel 8	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 9	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	0,9 W/g	5 min +1 min

	magne- tische Toner- partikel	Silizi- um- oxid- Fein- partikel (Mas- seteile)	Alumi- nium- oxid- Fein- partikel (Mas- seteile)	Titan- oxid- Fein- partikel (Mas- seteile)	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel (Masse%)	ex- terne Zu- ga- be- vor- rich- tung	Betriebs- bedin- gungen für exter- ne Zu- gabevor- richtung	Be- triebs- dauer durch externe Zuga- bevor- richtung
ma- gneti- scher To- ner 42	magne- tische To- nerpar- tikel 9	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fan- partikel 1	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	0,9 W/g	5 min +1 min
ma- gneti- scher To- ner 43	magne- tische To- nerpar- tikel 10	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 1	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	0,9 W/g	5 min +1 min

- Tabelle 3-2 -

	magne- tische Toner- partikel	Silizi- um- oxid- Fein- partikel (Mas- seteile)	Alumi- nium- oxid- Fein- partikel (Mas- seteile)	Titan- oxid- Fein- partikel (Mas- seteile)	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel (Mas- se%)	exter- ne Zu- ga- be- vor- rich- tung	Betriebs- bedingun- gen für die exter- ne Zu- gabevor- richtung	Betriebs- dauer durch externe Zuga- bevor- richtung
magne- tischer Ver- gleichs- toner 1	magne- tische To- nerpar- tikel 6	1,60	-	0,40	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 2	magne- tische To- nerpar- tikel 6	1,60	0,20	0,20	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 3	magne- tische To- nerpar- tikel 6	1,20	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 4	magne- tische To- nerpar- tikel 6	1,50	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 5	magne- tische To- nerpar- tikel 6	1,20	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min

	magne- tische Toner- partikel	Silizi- um- oxid- Fein- par- tikel (Mas- se- teile)	Alumi- nium- oxid- Fein- par- tikel (Mas- se- teile)	Titan- oxid- Fein- par- tikel (Mas- se- teile)	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel (Mas- se%)	exter- ne Zu- gabe- vor- rich- tung	Betriebs- bedingun- gen für die ex- terne Zu- gabevor- richtung	Betriebs- dauer durch externe Zuga- bevor- richtung
magne- tischer Ver- gleichs- toner 6	magne- tische To- nerpar- tikel 6	1,50	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 7	magne- tische To- nerpar- tikel 6	3,10	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 8	magne- tische To- nerpar- tikel 6	2,60	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner9	magne- tische To- nerpar- tikel 6	3,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- misdien 0,9 W/g	3 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 10	magne- tische To- nerpar- tikel 6	2,60	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 11	magne- tische To- nerpar- tikel 11	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 1	0,3	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- misdien 0,9 W/g	3 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 12	magne- tische To- nerpar- tikel 6	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fan- partikel 8	0,1	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 13	magne- tische To- nerpar- tikel 8	2,60	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 8	0,3	Hen- schel- Mi- scher	3000 U/min	2 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 14	magne- tische To- nerpar- tikel 6	2,60	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 1	0,3	Hen- schel- Mi- scher	4000 U/min	5 min +1 min

	magne- tische Toner- partikel	Silizi- um- oxid- Fein- par- tikel (Mas- se- teile)	Alumi- nium- oxid- Fein- par- tikel (Mas- se- teile)	Titan- oxid- Fein- par- tikel (Mas- se- teile)	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel (Mas- se%)	exter- ne Zu- gabe- vor- rich- tung	Betriebs- beding- ungen für die ex- terne Zu- gabe- vor- richtung	Betriebs- dauer durch externe Zuga- bevor- richtung
magne- tischer Ver- gleichs- toner 15	magne- tische To- nerpar- tikel 6	1,50	-	-	Stronti- umtita- nat-Fän- partikel 1	0,3	Hen- schel- Mi- scher	4000 U/min	5 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 16	magne- tische To- nerpar- tikel 6	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 6	3,1	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 17	magne- tische To- nerpar- tikel 6	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 6	0,05	Vor- rich- tung von Fig. 5	kein Vor- mischen 0,9 W/g	3 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 18	magne- tische To- nerpar- tikel 6	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Hybri- disie- rer	6000 U/min	5 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 19	magne- tische To- nerpar- tikel 12	2,00	-	-	Stronti- umtitanat - Feinpar- tikel 7	3,0	Hybri- disie- rer	6000 U/min	5 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 20	magne- tische To- nerpar- tikel 6	1,50	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Hybri- disie- rer	7000 U/min	8 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 21	magne- tische To- nerpar- tikel 6	1,50	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 7	3,0	Hybri- disie- rer	7000 U/min	8 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 22	magne- tische To- nerpar- tikel 13	1,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 1	0,3	Hen- schel- Mi- scher	4000 U/min	2 min +1 min
magne- tischer Ver- gleichs- toner 23	magne- tische To- nerpar- tikel 13	2,00	-	-	Stronti- umtita- nat-Fein- partikel 1	0,3	Hen- schel- Mi- scher	4000 U/min	2 min +1 min

	magnetische Tonerpartikel	Siliziumoxid-Feinpartikel (Masse-teile)	Aluminiumoxid-Feinpartikel (Masse-teile)	Titanoxid-Feinpartikel (Masse-teile)	Strontiumtitanat-Feinpartikel	Strontiumtitanat-Feinpartikel (Masse%)	externe Zugabevorrichtung	Betriebsbedingungen für die externe Zugabevorrichtung	Betriebsdauer durch externe Zugabevorrichtung
magnetischer Vergleichstoner 24	magnetische Tonerpartikel 14	1,00	-	-	Strontiumtitanat-Feinpartikel 1	0,3	Henschel-Mischer	4000 U/min	2 min +1 min
magnetischer Vergleichstoner 25	magnetische Tonerpartikel 14	2,00	-	-	Strontiumtitanat-Feinpartikel 1	0,3	Henschel-Mischer	4000 U/min	2 min +1 min
magnetischer Vergleichstoner 26	magnetische Tonerpartikel 2	2,00	-	-	Strontiumtitanat-Feinpartikel 1	0,3	Vorrichtung von Fig. 5	0,9 W/g	5 min +1 min

- Tabelle 4-1 -

	magnetische Tonerpartikel	Abdeckungsverhältnis A (%)	B/A (-)	Freisetzungsrates für Strontiumtitanat-Feinpartikel (%)	D4/D1 (-)	σ/σ_s (-)	Variationskoeffizient für Abdeckungsverhältnis A (%)	Gehalt Siliziumoxid-Feinpartikel in fixierten Feinpartikeln (Masse%)
magnetischer Toner 1	magnetische Tonerpartikel 1	61,3	0,70	29	1,24	0,06	7,5	100
magnetischer Toner 2	magnetische Tonerpartikel 2	60,4	0,72	27	1,25	0,19	7,2	100
magnetischer Toner 3	magnetische Tonerpartikel 2	62,1	0,73	26	1,24	0,09	6,7	100
magnetischer Toner 4	magnetische Tonerpartikel 2	55,3	0,65	25	1,23	0,09	8,1	100
magnetischer Toner 5	magnetische Tonerpartikel 3	60,1	0,71	23	1,26	0,09	7,0	100
magnetischer Toner 6	magnetische Tonerpartikel 4	60,2	0,72	25	1,26	0,09	6,9	100
magnetischer Toner 7	magnetische Tonerpartikel 2	59,9	0,70	24	1,25	0,09	6,9	88

	magnetische Tonerpartikel	Abdeckungsverhältnis A (%)	B/A (-)	Freisetzungsrates für Strontiumtitanat-Feinpartikel (%)	D4/D1 (-)	σ/σ (-)	Variationskoeffizient für Abdeckungsverhältnis A (%)	Gehalt Siliziumoxid-Feinpartikel in fixierten Feinpartikeln (Masse%)
magnetischer Toner 8	magnetische Tonerpartikel 2	59,6	0,68	23	1,25	0,09	7,0	84
magnetischer Toner 9	magnetische Tonerpartikel 2	59,1	0,69	21	1,25	0,09	6,7	83
magnetischer Toner 10	magnetische Tonerpartikel 2	59,2	0,66	22	1,25	0,09	7,0	83
magnetischer Toner 11	magnetische Tonerpartikel 2	59,7	0,69	24	1,25	0,09	7,0	84
magnetischer Toner 12	magnetische Tonerpartikel 5	53,6	0,69	19	1,28	0,09	9,6	100
magnetischer Toner 13	magnetische Tonerpartikel 5	51,5	0,66	17	1,28	0,09	10,7	100
magnetischer Toner 14	magnetische Tonerpartikel 6	51,2	0,71	14	1,30	0,09	10,5	100
magnetischer Toner 15	magnetische Tonerpartikel 6	51,6	0,73	13	1,30	0,09	10,6	100
magnetischer Toner 16	magnetische Tonerpartikel 6	51,8	0,71	12	1,29	0,09	10,5	100
magnetischer Toner 17	magnetische Tonerpartikel 6	51,7	0,70	12	1,30	0,09	10,6	100
magnetischer Toner 18	magnetische Tonerpartikel 6	51,5	0,68	15	1,28	0,09	10,4	100
magnetischer Toner 19	magnetische Tonerpartikel 6	51,1	0,66	17	1,27	0,09	10,6	100
magnetischer Toner 20	magnetische Tonerpartikel 6	51,6	0,69	14	1,28	0,09	10,4	100
magnetischer Toner 21	magnetische Tonerpartikel 6	50,9	0,70	18	1,30	0,09	10,7	100
magnetischer Toner 22	magnetische Tonerpartikel 6	50,8	0,67	20	1,29	0,09	10,5	100

	magnetische Tonerpartikel	Abdeckungsverhältnis A (%)	B/A (-)	Freisetzungsrates für Strontiumtitanat-Feinpartikel (%)	D4/D1 (-)	σ/σ (-)	Variationskoeffizient für Abdeckungsverhältnis A (%)	Gehalt Siliziumoxid-Feinpartikel in fixierten Feinpartikeln (Masse%)
magnetischer Toner 23	magnetische Tonerpartikel 6	51,1	0,68	13	1,28	0,09	10,8	100
magnetischer Toner 24	magnetische Tonerpartikel 6	51,2	0,68	14	1,30	0,09	10,4	100
magnetischer Toner 25	magnetische Tonerpartikel 6	51,4	0,67	10	1,30	0,09	10,6	100
magnetischer Toner 26	magnetische Tonerpartikel 6	50,9	0,65	26	1,30	0,09	10,8	100
magnetischer Toner 27	magnetische Tonerpartikel 6	51,0	0,66	18	1,29	0,09	10,6	100
magnetischer Toner 28	magnetische Tonerpartikel 6	69,2	0,64	17	1,30	0,09	10,5	100
magnetischer Toner 29	magnetische Tonerpartikel 6	68,4	0,65	14	1,28	0,09	10,5	83
magnetischer Toner 30	magnetische Tonerpartikel 6	68,7	0,66	15	1,30	0,09	10,4	84
magnetischer Toner 31	magnetische Tonerpartikel 6	45,4	0,56	16	1,28	0,09	10,6	100
magnetischer Toner 32	magnätsche Tonerpartikel 6	45,2	0,54	15	1,30	0,09	10,8	83
magnetischer Toner 33	magnetische Tonerpartikel 6	46,3	0,58	15	1,30	0,09	10,3	84
magnetischer Toner 34	magnetische Tonerpartikel 6	46,1	0,83	14	1,29	0,09	10,4	100
magnetischer Toner 35	magnetische Tonerpartikel 6	45,8	0,53	12	1,30	0,09	10,8	100
magnetischer Toner 36	magnetische Tonerpartikel 6	69,1	0,54	16	1,28	0,09	10,5	100
magnetischer Toner 37	magnetische Tonerpartikel 6	69,1	0,82	17	1,29	0,09	10,5	100

	magnetische Tonerpartikel	Abdeckungsverhältnis A (%)	B/A (-)	Freisetzungsrates für Strontiumtitanat-Feinpartikel (%)	D4/D1 (-)	σ/σ_s (-)	Variationskoeffizient für Abdeckungsverhältnis A (%)	Gehalt Siliziumoxid-Feinpartikel in fixierten Feinpartikeln (Masse%)
magnetischer Toner 38	magnetische Tonerpartikel 7	51,8	0,68	14	1,28	0,11	10,6	100
magnetischer Toner 39	magnetische Tonerpartikel 8	55,1	0,71	23	1,25	0,11	6,5	100
magnetischer Toner 40	magnetische Tonerpartikel 8	52,3	0,64	21	1,24	0,11	9,2	100
magnetischer Toner 41	magnetische Tonerpartikel 8	61,3	0,68	17	1,23	0,11	7,5	100
magnetischer Toner 42	magnetische Tonerpartikel 9	59,7	0,70	14	1,28	0,11	7,0	100
magnetischer Toner 43	magnetische Tonerpartikel 10	65,1	0,74	15	1,27	0,11	7,1	100

- Tabelle 4-2 -

	magnetische Tonerpartikel	Abdeckungsverhältnis A (%)	B/A (-)	Freisetzungsrates für Strontiumtitanat-Feinpartikel (%)	D4/D1 (-)	σ/σ_s (-)	Variationskoeffizient für Abdeckungsverhältnis A (%)	Gehalt Siliziumoxid-Feinpartikel in fixierten Feinpartikeln (Masse%)
magnetischer Vergleichstoner 1	magnetische Tonerpartikel 6	48,9	0,52	14	1,30	0,09	10,6	78
magnetischer Vergleichstoner 2	magnetische Tonerpartikel 6	47,8	0,57	14	1,31	0,09	10,4	77
magnetischer Vergleichstoner 3	magnetische Tonerpartikel 6	42,6	0,53	12	1,33	0,09	10,1	100
magnetischer Vergleichstoner 4	magnetische Tonerpartikel 6	45,5	0,48	14	1,31	0,09	10,4	100
magnetischer Vergleichstoner 5	magnetische Tonerpartikel 6	42,8	0,85	11	1,32	0,09	10,2	100
magnetischer Vergleichstoner 6	magnetische Tonerpartikel 6	45,3	0,88	10	1,30	0,09	10,3	100

	magnetische Tonerpartikel	Abdeckungsverhältnis A (%)	B/A (-)	Freisetzungsrate für Strontiumtitanat-Feinpartikel (%)	D4/D1 (-)	σ_r/σ_s (-)	Variationskoeffizient für Abdeckungsverhältnis A (%)	Gehalt Siliziumoxid-Feinpartikel in fixierten Feinpartikeln (Masse%)
magnetischer Vergleichstoner 7	magnetische Tonerpartikel 6	73,1	0,53	14	1,31	0,09	10,1	100
magnetischer Vergleichstoner 8	magnetische Tonerpartikel 6	69,3	0,45	12	1,31	0,09	10,4	100
magnetischer Vergleichstoner 9	magnetische Tonerpartikel 6	71,1	0,81	13	1,30	0,09	10,3	100
magnetischer Vergleichstoner 10	magnetische Tonerpartikel 6	68,9	0,86	12	1,30	0,09	10,2	100
magnetischer Vergleichstoner 11	magnetische Tonerpartikel 11	49,6	0,68	15	1,35	0,09	11,6	100
magnetischer Vergleichstoner 12	magnetische Tonerpartikel 6	50,6	0,65	18	1,30	0,09	11,7	100
magnetischer Vergleichstoner 13	magnetische Tonerpartikel 8	46,8	0,36	21	1,32	0,09	13,4	100
magnetischer Vergleichstoner 14	magnetische Tonerpartikel 6	48,2	0,35	7	1,31	0,09	13,2	100
magnetischer Vergleichstoner 15	magnetische Tonerpartikel 6	37,5	0,41	5	1,30	0,09	18,1	100
magnetischer Vergleichstoner 16	magnetische Tonerpartikel 6	50,5	0,61	35	1,33	0,09	11,5	100
magnetischer Vergleichstoner 17	magnetische Tonerpartikel 6	50,9	0,64	11	1,30	0,09	11,4	100
magnetischer Vergleichstoner 18	magnetische Tonerpartikel 6	54,1	0,53	7	1,31	0,09	12,4	100
magnetischer Vergleichstoner 19	magnetische Tonerpartikel 12	54,3	0,51	9	1,33	0,09	12,2	100
magnetischer Vergleichstoner 20	magnetische Tonerpartikel 6	43,7	0,81	12	1,30	0,09	13,6	100
magnetischer Vergleichstoner 21	magnetische Tonerpartikel 6	44,6	0,87	10	1,30	0,09	13,8	100

	magnetische Tonerpartikel	Abdeckungsverhältnis A (%)	B/A (-)	Freisetzungsrate für Strontiumtitanat-Feinpartikel (%)	D4/D1 (-)	σ_r/σ_s (-)	Variationskoeffizient für Abdeckungsverhältnis A (%)	Gehalt Siliziumoxid-Feinpartikel in fixierten Feinpartikeln (Masse%)
magnetischer Vergleichstoner 22	magnetische Tonerpartikel 13	41,8	0,48	3	1,30	0,09	14,9	100
magnetischer Vergleichstoner 23	magnetische Tonerpartikel 13	54,3	0,46	5	1,31	0,09	15,3	100
magnetischer Vergleichstoner 24	magnetische Tonerpartikel 14	63,7	0,86	6	1,30	0,09	13,5	100
magnetischer Vergleichstoner 25	magnetische Tonerpartikel 14	71,8	0,84	8	1,31	0,09	13,2	100
magnetischer Vergleichstoner 26	magnetische Tonerpartikel 2	36,2	0,51	9	1,25	0,09	14,1	100

Beispiel 1

- Bilderzeugungsvorrichtung -

[0305] Die Bilderzeugungsvorrichtung war eine LBP-3100 (Markenname) von Canon, Inc., die mit einer Entwicklungshülse kleinen Durchmessers ausgestattet war, die einen Durchmesser von 10 mm hatte; ihre Druckgeschwindigkeit war von 16 Blättern/Minute auf 20 Blätter/Minute modifiziert worden. Wenn die Druckgeschwindigkeit auf 20 Blätter/Minute geändert wird, kann die Haltbarkeit in einer Bilderzeugungsvorrichtung, die mit einer Entwicklungshülse kleinen Durchmessers ausgestattet ist, streng beurteilt werden.

[0306] Unter Verwendung dieser abgeänderten Vorrichtung und des magnetischen Toners 1 erfolgte eine Bildprüfung unter einer Umgebung normaler Temperatur und normaler Feuchtigkeit (unter einer NN-Umgebung mit 23°C/50% RH), gefolgt von 30 Tage langem Stehen unter einer harten Bedingung (40°C/95% RH) und dann einem 50-Blatt-Bildausgabeversuch in einem intermittierenden Einzelblattmodus eines Vollbilds.

[0307] Gemäß diesen Ergebnissen konnte auch unmittelbar nach dem Stehen in einer harten Umgebung ein hervorragendes Bild erzielt werden, das in bildfreien Bereichen wenig Schleierbildung hatte und in dem die Dichtenreduktion unterdrückt war.

[0308] Die Beurteilungsverfahren und die zugehörigen Skalen, die bei den in den Beispielen der Erfindung und den Vergleichsbeispielen durchgeführten Beurteilungen verwendet wurden, werden unten beschrieben.

< Bilddichte >

[0309] Für die Bilddichte wurde eine Vollbildfläche erzeugt und die Dichte dieses Vollbilds wurde mit einem MacBeth Reflexionsdensitometer (MacBeth Corporation) gemessen. Die folgende Skala wurde verwendet, um die mittlere Reflexionsdichte des Vollbilds auf den 50 Ausdrucken bis zum anfänglichen 50. Ausdruck nach dem Stehen in einer harten Umgebung (auch nach einer harten Lagerung bezeichnet) zu benoten (Beurteilung 1).

- A : sehr gut (größer oder gleich 1,45)
- B : gut (kleiner als 1,45 und größer oder gleich 1,40)
- C : durchschnittlich (weniger als 1,40 und größer oder gleich 1,30)
- D : schlecht (weniger als 1,30)

[0310] Die folgende Skala wurde verwendet, um die Bilddichte vor und nach der harten Lagerung zu benoten (Beurteilung 2).

[0311] Durch eine geringere Differenz zwischen der Reflexionsdichte des Vollbilds vor der harten Lagerung und der Reflexionsdichte des Vollbilds nach der harten Lagerung wird ein besseres Ergebnis angegeben.

A : sehr gut (weniger als 0,05)

B : gut (weniger als 0,10 und größer oder gleich 0,05)

C : durchschnittlich (weniger als 0,15 und größer oder gleich 0,10)

D : schlecht (größer oder gleich 0,15)

< Schleierbildung nach harter Lagerung (Beurteilung 3) >

[0312] Nach der harten Lagerung wurde ein weißes Bild ausgegeben und sein Reflexionsgrad wurde unter Verwendung eines REFLECTMETER MODEL TC-6DS von Tokyo Denshoku Co., Ltd. gemessen. Andererseits wurde der Reflexionsgrad auch auf dem Übertragungspapier (Standardpapier) vor der Erzeugung des weißen Bilds gemessen. Als Filter wurde ein Grünfilter verwendet. Anhand des Reflexionsgrads vor der Ausgabe des weißen Bilds und des Reflexionsgrads nach der Ausgabe des weißen Bilds wurde unter Verwendung der folgenden Formel die Schleierbildung berechnet.

Schleierbildung (Reflexionsgrad) (%)

= Reflexionsgrad (%) des Standardpapiers - Reflexionsgrad (%) des weißen Bildmusters

[0313] Die Skala zum Benoten der Schleierbildung steht unten.

A : sehr gut (weniger als 1,2%)

B : gut (weniger als 2,0% und größer oder gleich 1,2%)

C : durchschnittlich (weniger als 3,0% und größer oder gleich 2,0%)

D : schlecht (größer oder gleich 3,0%)

Beispiele 2 bis 42 und Vergleichsbeispiele 1 bis 26

[0314] Unter Verwendung der magnetischen Toner 2 bis 42 und der magnetischen Vergleichstoner 1 bis 26 für den magnetischen Toner erfolgten unter den gleichen Bedingungen wie im Beispiel 1 Tonerbeurteilungen. Die Ergebnisse der Beurteilungen sind in Tabelle 5 angegeben. Bei dem magnetischen Vergleichstoner 7 gab es eine sehr beachtliche Menge freigesetzter Siliziumoxid-Feinpartikel auf der Entwicklungshülse und es wurden Bildfehler in Form von vertikalen Streifen erzeugt.

- Tabelle 5-1 -

		Beurteilung 1 (Startdichte nach harter Lagerung)	Beurteilung 2 (Ausmaß der Dichtenreduktion nach harter Lagerung)	Beurteilung 3 (Schleierbil- dung nach har- ter Lagerung)
Beispiel 1	magnetischer Toner 1	A(1,50)	A(0,02)	A(0,3)
Beispiel 2	magnetischer Toner 2	A(1,48)	A(0,03)	A(0,5)
Beispiel 3	magnetischer Toner 3	A(1,47)	A(0,03)	A(0,5)
Beispiel 4	magnetischer Toner 4	A(1,47)	A(0,04)	A(0,7)
Beispiel 5	magnetischer Toner 5	A(1,46)	A(0,04)	A(0,7)
Beispiel 6	magnetischer Toner 6	A(1,47)	A(0,04)	A(0,6)
Beispiel 7	magnetischer Toner 7	A(1,47)	A(0,04)	A(0,6)
Beispiel 8	magnetischer Toner 8	A(1,46)	A(0,04)	A(0,7)

		Beurteilung 1 (Startdichte nach harter Lagerung)	Beurteilung 2 (Ausmaß der Dichtenreduktion nach harter Lagerung)	Beurteilung 3 (Schleierbil- dung nach har- ter Lagerung)
Beispiel 9	magnetischer Toner 9	A(1,46)	A(0,04)	A(0,7)
Beispiel 10	magnetischer Toner 10	A(1,45)	A(0,04)	A(0,8)
Beispiel 11	magnetischer Toner 11	A(1,45)	A(0,04)	A(0,7)
Beispiel 12	magnetischer Toner 12	A(1,45)	A(0,04)	A(0,7)
Beispiel 13	magnetischer Toner 13	B(1,41)	B(0,08)	A(0,8)
Beispiel 14	magnetischer Toner 14	C(1,39)	B(0,09)	A(0,8)
Beispiel 15	magnetischer Toner 15	C(1,38)	B(0,09)	A(0,7)
Beispiel 16	magnetischer Toner 16	C(1,36)	B(0,09)	A(0,8)
Beispiel 17	magnetischer Toner 17	C(1,35)	B(0,08)	A(0,9)
Beispiel 18	magnetischer Toner 18	C(1,38)	B(0,09)	A(0,9)
Beispiel 19	magnetischer Toner 19	C(1,37)	B(0,09)	A(0,9)
Beispiel 20	magnetischer Toner 20	C(1,37)	B(0,09)	A(1,0)
Beispiel 21	magnetischer Toner 21	C(1,36)	B(0,09)	B(1,2)
Beispiel 22	magnetischer Toner 22	C(1,36)	B(0,09)	B(1,5)
Beispiel 23	magnetischer Toner 23	C(1,36)	B(0,09)	B(1,3)
Beispiel 24	magnetischer Toner 24	C(1,36)	B(0,08)	B(1,7)
Beispiel 25	magnetischer Toner 25	C(1,35)	B(0,09)	A(0,9)
Beispiel 26	magnetischer Toner 26	C(1,39)	B(0,08)	B(1,4)
Beispiel 27	magnetischer Toner 27	C(1,37)	B(0,06)	B(1,1)
Beispiel 28	magnetischer Toner 28	C(1,38)	C(0,12)	B(1,4)
Beispiel 29	magnetischer Toner 29	C(1,37)	C(0,14)	B(1,5)
Beispiel 30	magnetischer Toner 30	C(1,36)	C(0,14)	B(1,5)
Beispiel 31	magnetischer Toner 31	C(1,38)	C(0,11)	B(1,3)
Beispiel 32	magnetischer Toner 32	C(1,37)	C(0,13)	B(1,4)
Beispiel 33	magnetischer Toner 33	C(1,36)	C(0,14)	B(1,5)
Beispiel 34	magnetischer Toner 34	C(1,36)	C(0,13)	B(1,6)
Beispiel 35	magnetischer Toner 35	C(1,35)	C(0,12)	B(1,7)
Beispiel 36	magnetischer Toner 36	C(1,35)	C(0,12)	B(1,6)
Beispiel 37	magnetischer Toner 37	C(1,37)	C(0,13)	B(1,5)
Beispiel 38	magnetischer Toner 38	C(1,31)	B(0,09)	A(0,8)
Beispiel 39	magnetischer Toner 39	C(1,35)	B(0,05)	A(0,7)
Beispiel 40	magnetischer Toner 40	C(1,34)	B(0,05)	A(0,9)
Beispiel 41	magnetischer Toner 41	C(1,33)	B(0,05)	A(0,5)
Beispiel 42	magnetischer Toner 42	C(1,32)	B(0,07)	A(1,0)
Beispiel 43	magnetischer Toner 43	C(1,33)	B(0,09)	A(0,5)

- Tabelle 5-2 -

		Beurteilung 1 (Startdichte nach harter Lagerung)	Beurteilung 2 (Aus- maß der Dichten- reduktion nach harter Lagerung)	Beurteilung 3 (Schleierbil- dung nach har- ter Lagerung)
Vergleichs- beispiel 1	magnetischer Ver- gleichstoner 1	C(1,34)	C(0,14)	C(2,2)
Vergleichs- beispiel 2	magnetischer Ver- gleichstoner 2	C(1,34)	C(0,13)	C(2,1)
Vergleichs- beispiel 3	magnetischer Ver- gleichstoner 3	C(1,31)	D(0,15)	B(1,5)
Vergleichs- beispiel 4	magnetischer Ver- gleichstoner 4	C(1,32)	D(0,16)	B(1,6)
Vergleichs- beispiel 5	magnetischer Ver- gleichstoner 5	C(1,32)	D(0,16)	B(1,5)
Vergleichs- beispiel 6	magnetischer Ver- gleichstoner 6	C(1,31)	D(0,18)	B(1,6)
Vergleichs- beispiel 7	magnetischer Ver- gleichstoner 7	C(1,34)	C(0,12)	C(2,3)
Vergleichs- beispiel 8	magnetischer Ver- gleichstoner 8	C(1,32)	C(0,13)	C(2,1)
Vergleichs- beispiel 9	magnetischer Ver- gleichstoner 9	D(1,29)	D(0,19)	B(1,6)
Vergleichs- beispiel 10	magnetischer Ver- gleichstoner 10	D(1,28)	D(0,18)	B(1,4)
Vergleichs- beispiel 11	magnetischer Ver- gleichstoner 11	D(1,25)	D(0,16)	B(1,4)
Vergleichs- beispiel 12	magnetischer Ver- gleichstoner 12	D(1,12)	D(0,34)	A(0,7)
Vergleichs- beispiel 13	magnetischer Ver- gleichstoner 13	D(1,10)	D(0,19)	A(0,8)
Vergleichs- beispiel 14	magnetischer Ver- gleichstoner 14	D(1,08)	D(0,27)	A(0,6)
Vergleichs- beispiel 15	magnetischer Ver- gleichstoner 15	D(1,10)	D(0,29)	A(0,6)
Vergleichs- beispiel 16	magnetischer Ver- gleichstoner 16	D(1,06)	D(0,38)	A(0,7)
Vergleichs- beispiel 17	magnetischer Ver- gleichstoner 17	D(1,12)	D(0,32)	A(1,0)
Vergleichs- beispiel 18	magnetischer Ver- gleichstoner 18	D(1,28)	C(0,12)	C(2,4)
Vergleichs- beispiel 19	magnetischer Ver- gleichstoner 19	C(1,31)	C(0,13)	C(2,2)
Vergleichs- beispiel 20	magnetischer Ver- gleichstoner 20	C(1,34)	C(0,10)	C(2,1)
Vergleichs- beispiel 21	magnetischer Ver- gleichstoner 21	C(1,31)	C(0,14)	C(2,2)
Vergleichs- beispiel 22	magnetischer Ver- gleichstoner 22	D(1,11)	D(0,31)	A(0,8)

		Beurteilung 1 (Startdichte nach harter Lagerung)	Beurteilung 2 (Aus- maß der Dichten- reduktion nach harter Lagerung)	Beurteilung 3 (Schleierbil- dung nach har- ter Lagerung)
Vergleichs- beispiel 23	magnetischer Ver- gleichstoner 23	D(1,13)	D(0,29)	A(0,7)
Vergleichs- beispiel 24	magnetischer Ver- gleichstoner 24	D(1,13)	D(0,32)	A(0,6)
Vergleichs- beispiel 25	magnetischer Ver- gleichstoner 25	D(1,11)	D(0,28)	A(0,8)
Vergleichs- beispiel 26	magnetischer Ver- gleichstoner 26	C(1,30)	D(0,15)	B(1,5)

[0315] Die Erfindung ist unter Bezugnahme auf exemplarische Ausführungsbeispiele beschrieben worden, doch versteht sich, dass die Erfindung nicht auf die offenbarten exemplarischen Ausführungsbeispiele beschränkt ist. Dem Schutzzumfang der folgenden Ansprüche kommt die breiteste Interpretation zu, sodass Abwandlungen und äquivalente Aufbauformen und Funktionsweisen mit umfasst sind.

[0316] Diese Anmeldung beansprucht die Priorität der japanischen Patentanmeldung Nr. 2012-019517, die am 1. Februar 2012 eingereicht wurde, die hiermit durch Bezugnahme in ihrer Gesamtheit aufgenommen wird.

Bezugszeichenliste

- 1 Hauptgehäuse
- 2 Drehbauteil
- 3, 3a, 3b Rührbauteil
- 4 Mantel
- 5 Rohmaterialeinlassöffnung
- 6 Produktauslassöffnung
- 7 Zentralwelle
- 8 Antriebsbauteil
- 9 Verarbeitungsraum
- 10 Endfläche des Drehbauteils
- 11 Drehrichtung
- 12 Rückwärtsrichtung
- 13 Vorwärtsrichtung
- 16 Rohmaterialeinlassöffnungsinnenstück
- 17 Produktauslassöffnungsinnenstück
- d Abstand, der den Überlappungsabschnitt der Drehbauteile angibt
- D Drehbauteilbreite
- 100 elektrostatisches Latentbild tragendes Bauteil (lichtempfindliches Bauteil)
- 102 Toner tragendes Bauteil (Entwicklungshülse)
- 103 Entwicklungsklinge
- 114 Übertragungsbauteil (Übertragungswalze)
- 116 Reiniger
- 117 Ladebauteil (Ladewalze)
- 121 Lasergenerator (Latentbilderzeugungsmittel, Belichtungsvorrichtung)

123	Laser
124	Registerwalze
125	Transportriemen
126	Fixiereinheit
140	Entwicklungseinrichtung
141	Rührbauteil

Patentansprüche

1. Magnetischer Toner mit:
magnetischen Tonerpartikeln, die ein Bindemittelharz und einen magnetischen Körper umfassen; und anorganischen Feinpartikeln, die auf der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel vorhanden sind, wobei die auf der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel vorhandenen anorganischen Feinpartikel Strontiumtitanat-Feinpartikel und Metalloxid-Feinpartikel umfassen, die Metalloxid-Feinpartikel mindestens eine Art Metalloxid-Feinpartikel enthalten, die aus der aus Siliziumoxid-Feinpartikeln, Titanoxid-Feinpartikeln und Aluminiumoxid-Feinpartikeln bestehenden Gruppe gewählt sind, und der Gehalt der Siliziumoxid-Feinpartikel bezogen auf eine Gesamtmasse der Siliziumoxid-Feinpartikel, der Titanoxid-Feinpartikel und der Aluminiumoxid-Feinpartikel mindestens 85 Masse% beträgt, wobei wenn ein Abdeckungsverhältnis A (%) ein Abdeckungsverhältnis der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel durch die anorganischen Feinpartikel ist und ein Abdeckungsverhältnis B (%) ein Abdeckungsverhältnis der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel durch die anorganischen Feinpartikel ist, die an der Oberfläche der magnetischen Tonerpartikel fixiert sind, der magnetische Toner ein Abdeckungsverhältnis A von mindestens 45,0% und nicht mehr als 70,0% hat und ein Verhältnis $[\text{Abdeckungsverhältnis B}/\text{Abdeckungsverhältnis A}]$ des Abdeckungsverhältnisses B zum Abdeckungsverhältnis A mindestens 0,50 bis nicht mehr als 0,85 beträgt, der Gehalt der Strontiumtitanat-Feinpartikel in Bezug auf die Gesamtmenge des magnetischen Toners ausgedrückt mindestens 0,1 Masse% bis nicht mehr als 3,0 Masse% beträgt, der zahlengemittelte Partikeldurchmesser (D1) der Strontiumtitanat-Feinpartikel mindestens 60 nm bis nicht mehr als 300 nm beträgt, in einem magnetischen Trennversuch während der Aufbringung einer negativen Spannung die Freisetzungsrate für die Strontiumtitanat-Feinpartikel mindestens 10% beträgt und das Verhältnis $[D4/D1]$ des gewichtsgemittelten Partikeldurchmessers (D4) zum zahlengemittelten Partikeldurchmesser (D1) für den magnetischen Toner nicht mehr als 1,30 beträgt.
2. Magnetischer Toner nach Anspruch 1, wobei der magnetische Toner in einem Magnetfeld von 79,6 kA/m ein Verhältnis $[\sigma/\sigma_s]$ der Restmagnetisierung (σ) zur Magnetisierungsstärke (σ_s) von nicht mehr als 0,09 hat.
3. Magnetischer Toner nach Anspruch 1 oder 2, wobei der Variationskoeffizient für das Abdeckungsverhältnis A nicht mehr als 10,0% beträgt.
4. Magnetischer Toner nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei die durch ein Rastersondenmikroskop gemessene mittlere Oberflächenrauheit (Ra) der magnetischen Tonerpartikel mindesten 30,0 nm bis nicht mehr als 70,0 nm beträgt.

Es folgen 7 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

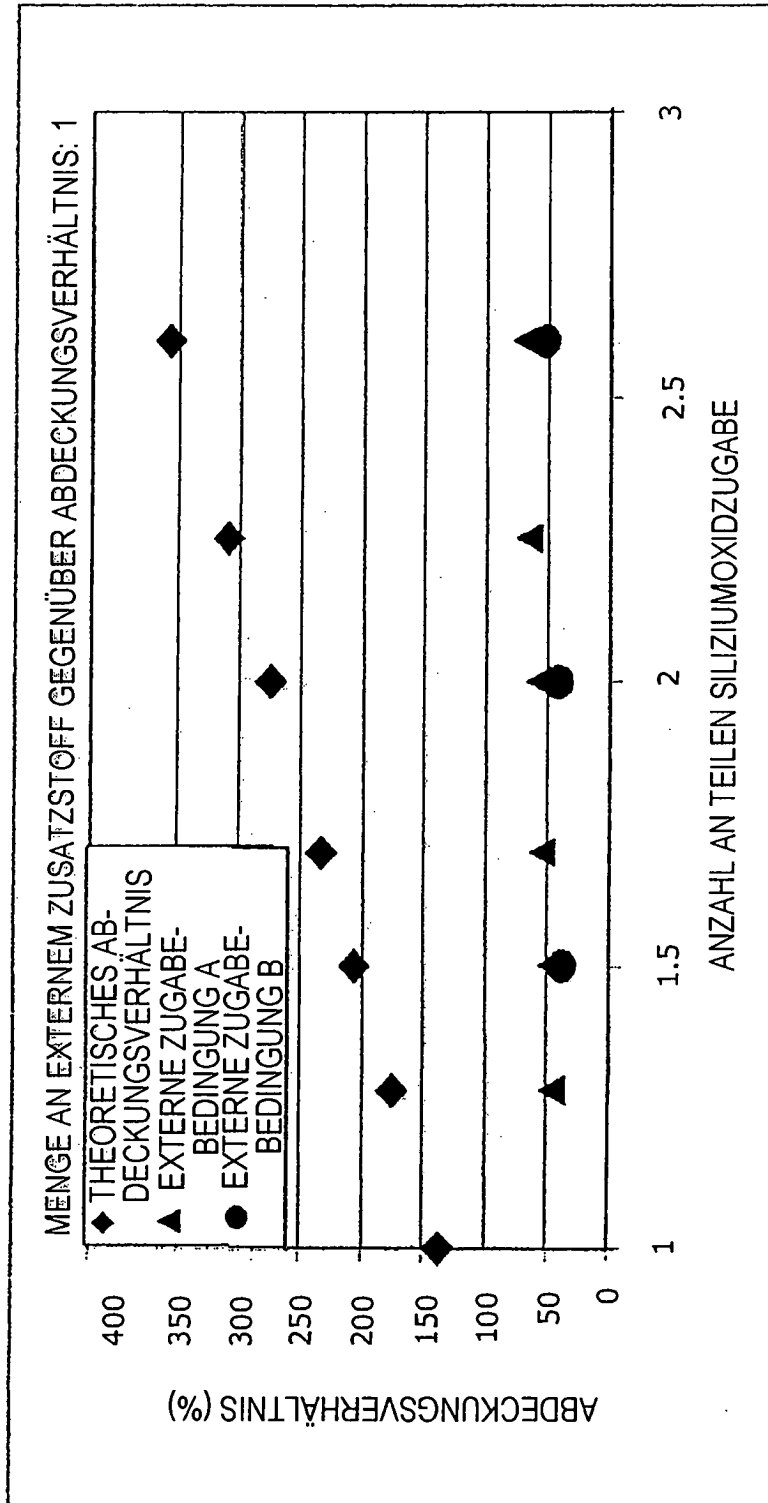


Fig. 1

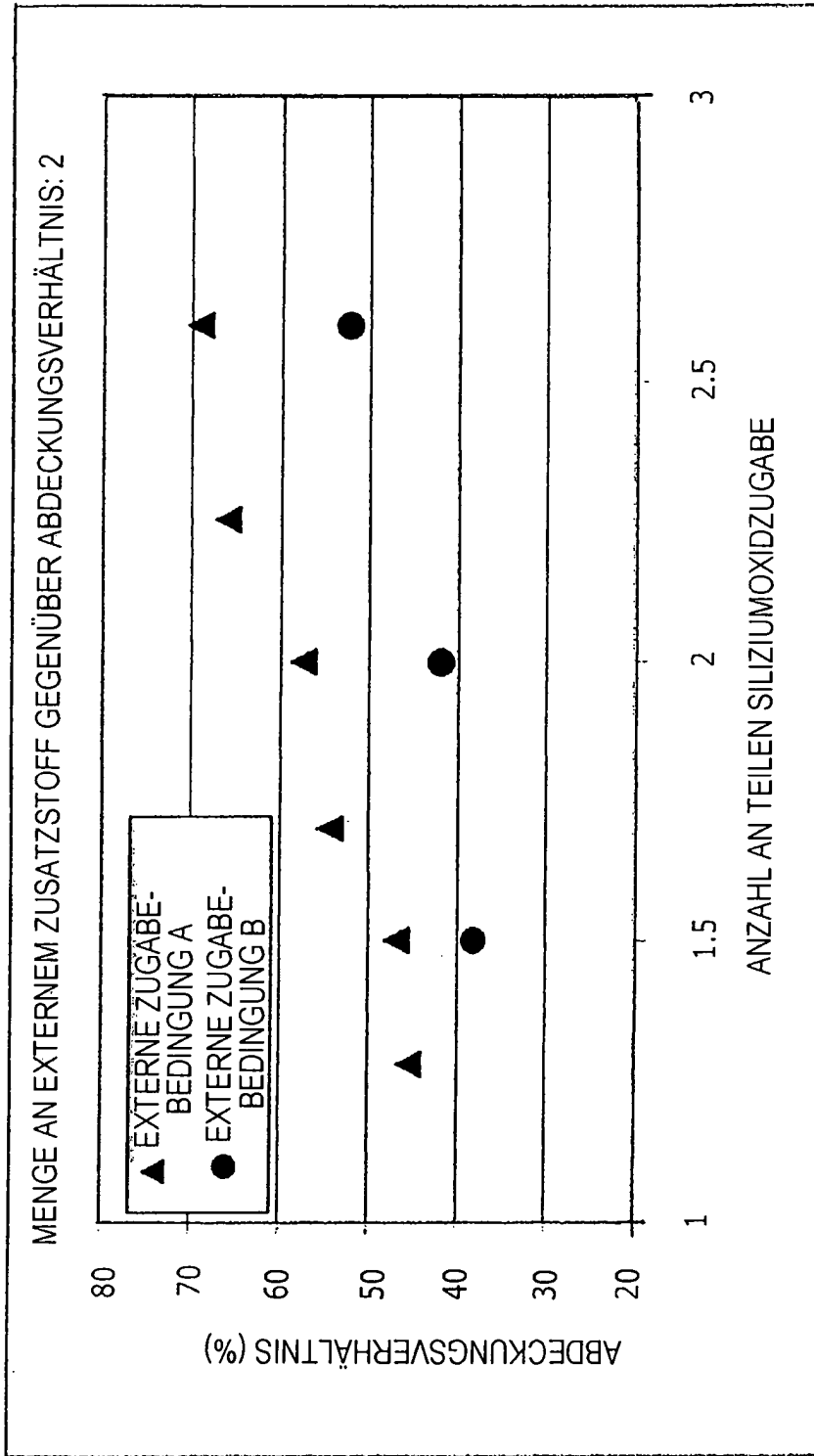


Fig. 2

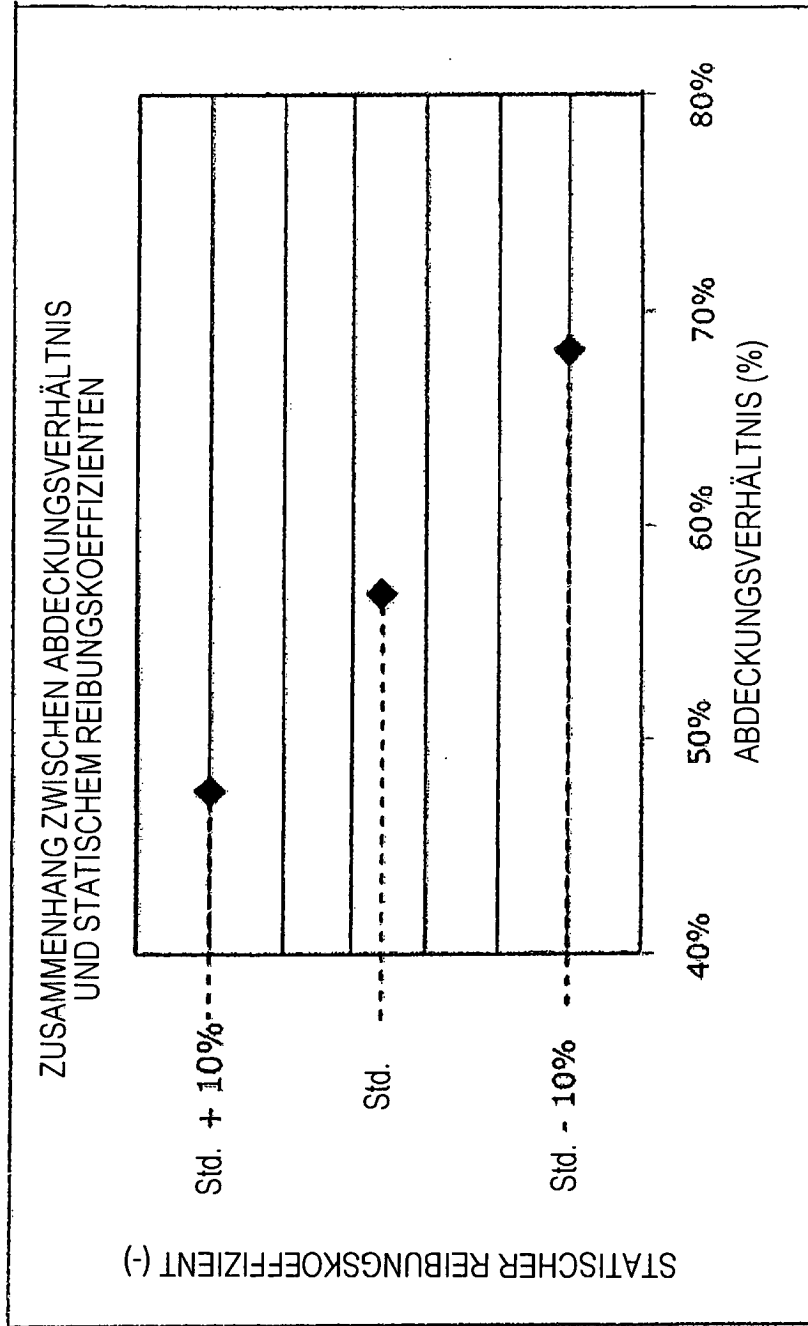


Fig. 3

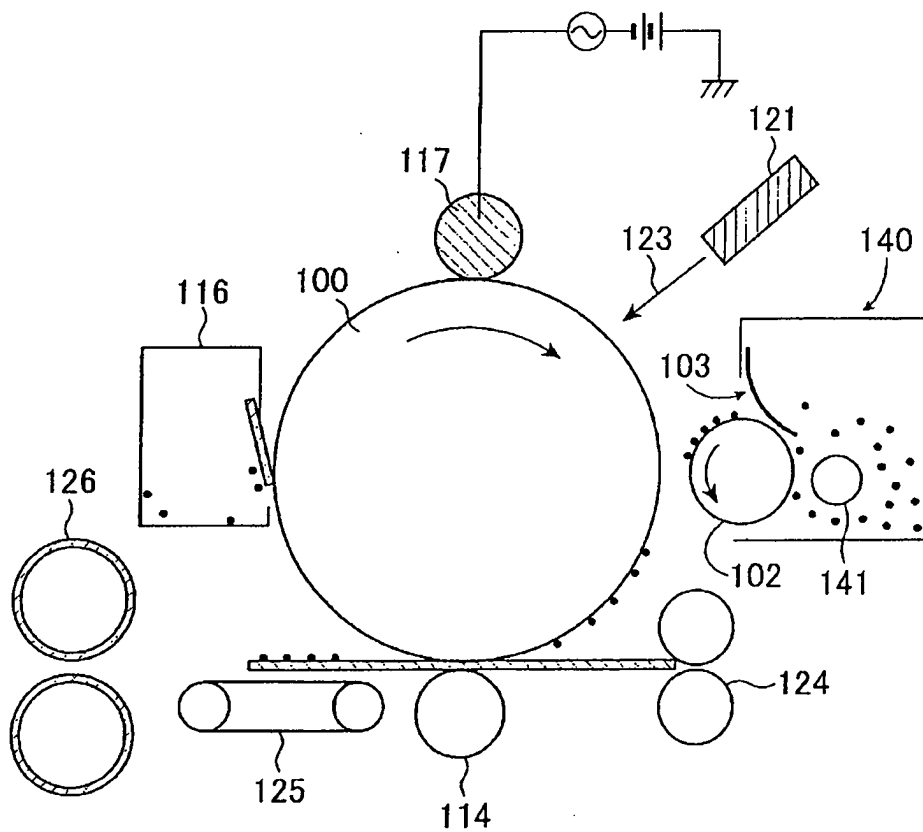


Fig. 4

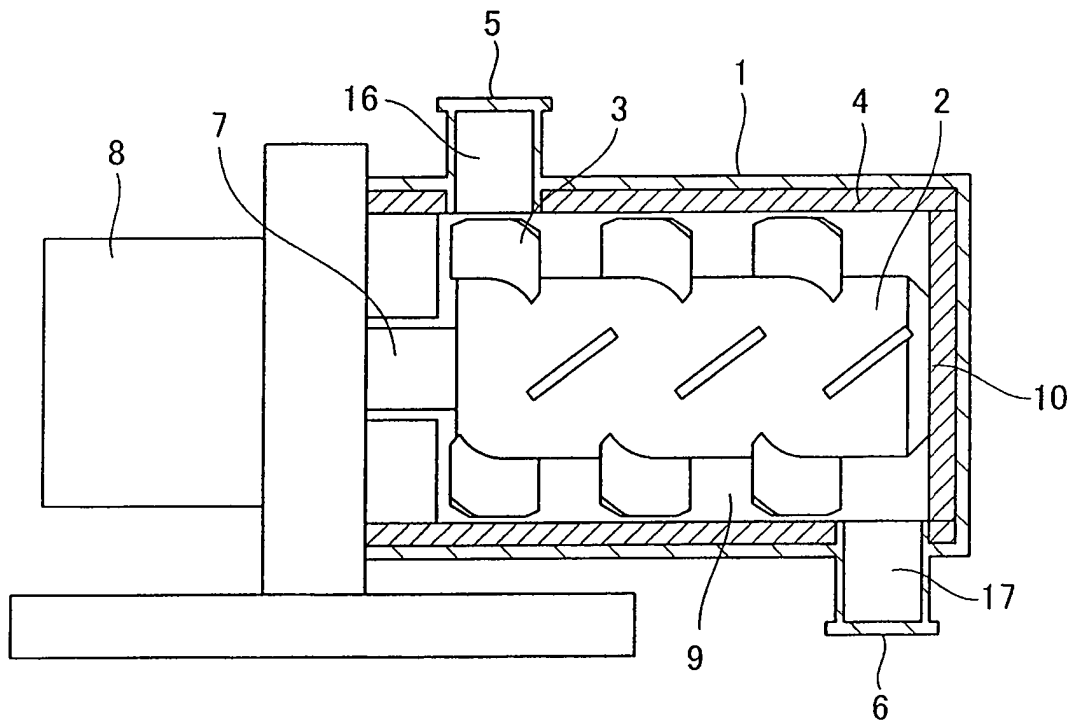


Fig. 5

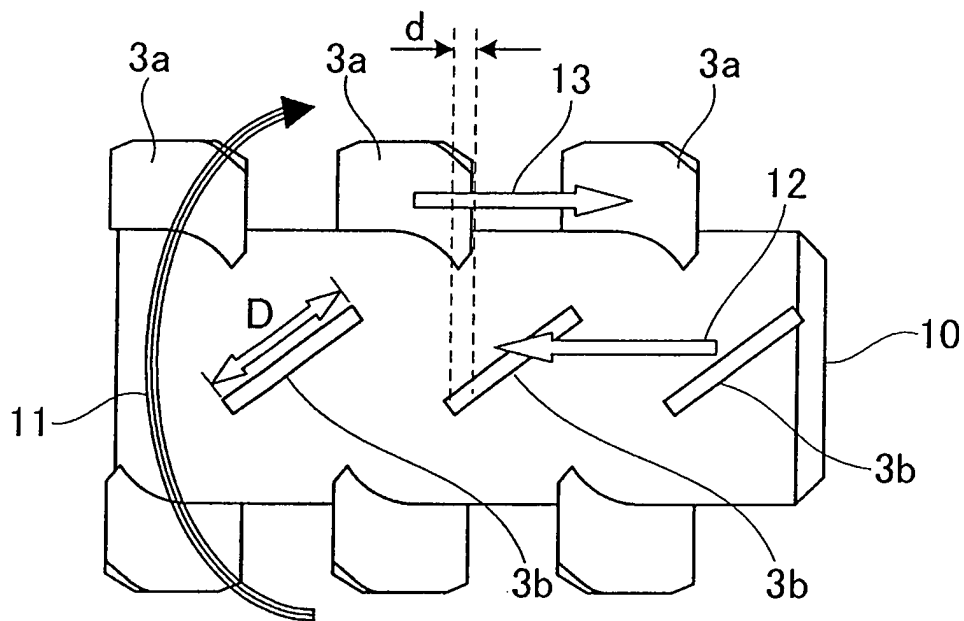


Fig. 6

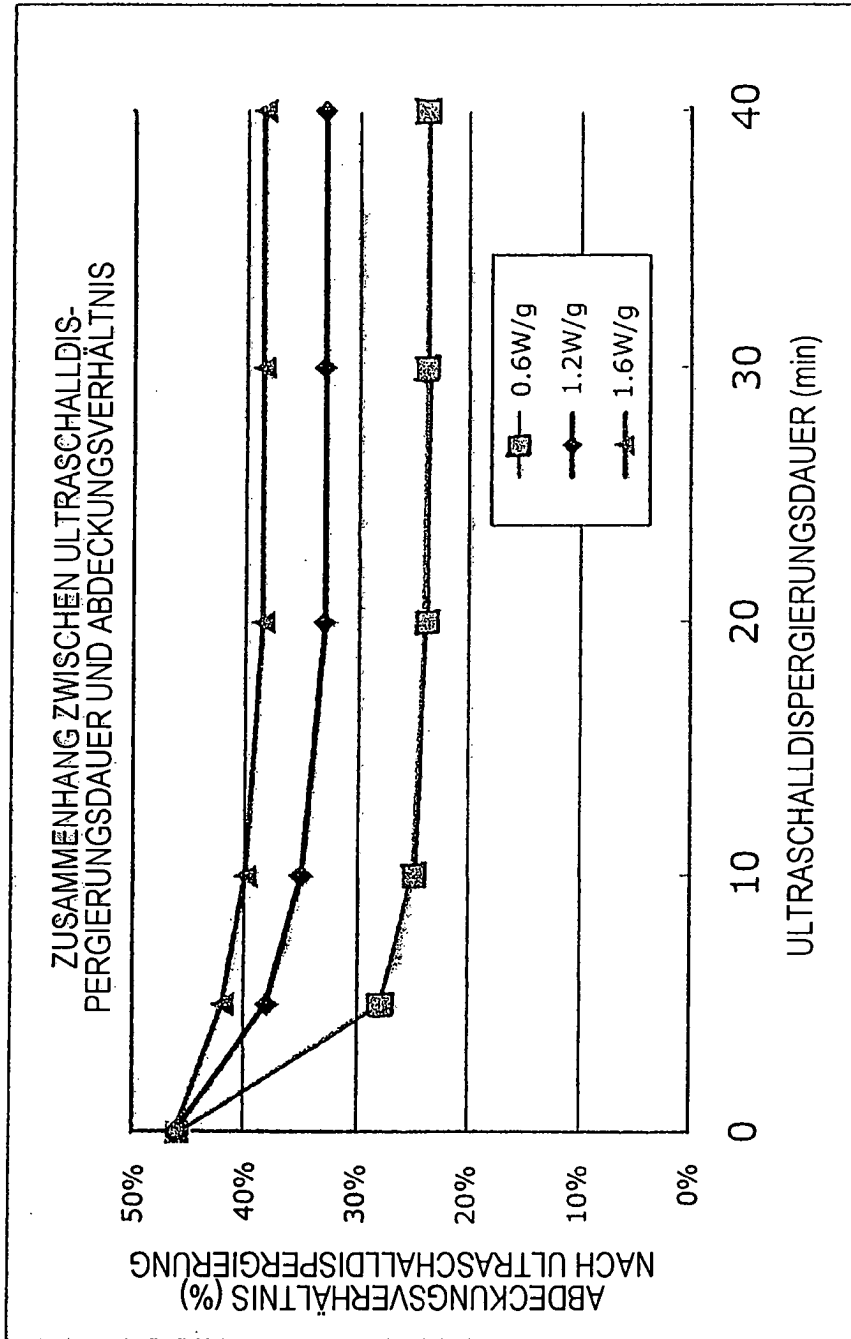


Fig. 7