(19) Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 10 2020 117 139 A1** 2021.01.07

(12) # Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2020 117 139.0**
(22) Anmeldetag: **30.06.2020**
(43) Offenlegungstag: **07.01.2021**

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

(30) Unionspriorität:
2019-123914 02.07.2019 JP

(71) Anmelder:
Canon Kabushiki Kaisha, Tokyo, JP

(74) Vertreter:
TBK, 80336 München, DE

(72) Erfinder:
Tsuda, Shohei, Tokio, JP; Tominaga, Tsuneyoshi, Tokio, JP; Tanaka, Masatake, Tokyo, JP; Katsura, Taiji, Tokyo, JP; Sato, Masamichi, Tokyo, JP

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen.

(54) Bezeichnung: **TONER**

(57) Zusammenfassung: Toner, der ein Tonerteilchen beinhaltet, das ein Bindemittelharz beinhaltet, wobei Feinteilchen A und B auf einer Oberfläche des Tonerteilchens vorhanden sind; die Feinteilchen A ein Fettsäuremetallsalz sind; die Feinteilchen B einen spezifischen Durchgangswiderstand aufweisen; eine durchschnittliche theoretische Oberfläche des Tonerteilchens, eine Menge der Feinteilchen A und ein Bedeckungsverhältnis der Tonerteilchenoberfläche durch die Feinteilchen A eine spezifische Beziehung erfüllen; die Menge der Feinteilchen B in einem spezifischen Bereich liegt; und der Anteil F einer Fläche, die von einem Teil der in einem oberflächennahen Bereich des Toners eingebetteten Feinteilchen B eingenommen wird, an einer Gesamtfläche, die von den in einem Querschnitt eines Tonerteilchens vorhandenen Feinteilchen B eingenommen wird, 50 Flächen-% oder mehr beträgt.

Beschreibung

Hintergrund der Erfindung

Gebiet der Erfindung

[0001] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf einen Toner zur Verwendung in einem Bilderzeugungsverfahren, wie etwa einem elektrophotographischen Verfahren.

Beschreibung des Standes der Technik

[0002] In den letzten Jahren ist eine Nachfrage nach Druckern mit längerer Lebensdauer und kleineren Formaten entstanden, und es wurde eine weitere Verbesserung verschiedener Leistungen von in den Druckern mitgeführten Tonern gefordert. So ist es beispielsweise unter dem Gesichtspunkt der Verlängerung der Lebensdauer erforderlich, die Langzeitbeständigkeit weiter zu verbessern, und unter dem Gesichtspunkt der Miniaturisierung ist es erforderlich, das Volumen jeder Einheit zu minimieren.

[0003] Konventionell wurden unter dem Gesichtspunkt der Verbesserung der Langzeitbeständigkeit lichtempfindliche Elemente mit hoher Haltbarkeit, wie etwa lichtempfindliche Elemente aus amorphem Silicium und organische lichtempfindliche Elemente mit einer Oberflächenschutzschicht aus einem härtbaren Harz verwendet, um die Haltbarkeit von Bilderzeugungsgeräten zu verbessern. Es ist jedoch bekannt, dass die Auswirkung der Verschlechterung des Oberflächenzustands des lichtempfindlichen Elements auf die Bildqualität umso größer ist, je höher die Haltbarkeit des lichtempfindlichen Elements ist.

[0004] Einer der Faktoren, der die Oberflächenveränderung des lichtempfindlichen Elements verursacht, die die Bildqualität beeinflusst, sind die in der Atmosphäre vorhandenen Stickoxide. Stickoxide sind Gase, die z.B. im Abgas von Automobilen enthalten sind, und stehen beispielhaft für Luftschadstoffe, die in letzter Zeit zu einem Problem geworden sind.

[0005] Es ist bekannt, dass sich Stickoxide in Wasser lösen, um eine wässrige Lösung eines Elektrolyten, wie etwa Salpetersäure, zu bilden. Wenn daher ein Bilderzeugungsgerät über Nacht in einer Umgebung mit hoher Temperatur und hoher Luftfeuchtigkeit, in der Wasser leicht an der Oberfläche des lichtempfindlichen Elements haftet, stehen gelassen wird, ohne benutzt zu werden, lösen sich die Stickoxide im an der Oberfläche des lichtempfindlichen Elements anhaftenden Wasser, um eine wässrige Elektrolytlösung zu bilden. Infolgedessen wird in einigen Fällen der elektrische Widerstand der Oberfläche des lichtempfindlichen Elements verringert, die Bildung eines klaren elektrostatischen latenten Bildes gehemmt und die Bildqualität verschlechtert (im Folgenden als Bildverschmierung bezeichnet).

[0006] Unter dem Gesichtspunkt der Miniaturisierung hat man versucht, die Größe verschiedener Einheiten zu reduzieren. So ist es beispielsweise wünschenswert, einen Resttonerbehälter zum Sammeln von nicht transferiertem Toner auf der lichtempfindlichen Trommel zu miniaturisieren, aber ein Rücktransfer ist ein Hindernis für eine solche Miniaturisierung.

[0007] Wenn ein Vollfarbbild unter Verwendung eines Zwischentransferelements in einem elektrophotographischen Bilderzeugungsgerät erzeugt wird, werden Toner einer Mehrzahl von Farben auf das Zwischentransferelement transferiert. Zu diesem Zeitpunkt kann ein Phänomen auftreten, bei dem sich der auf der stromaufwärtigen Seite auf das Zwischentransferelement transferierte Toner beim Transferieren der Farbe auf der stromabwärtigen Seite von dem Zwischentransferelement auf das elektrostatische Bildträgerelement, wie etwa ein lichtempfindliches Element, bewegt. Dies ist der Rücktransfer.

[0008] Dieses Phänomen tritt mit größerer Wahrscheinlichkeit bei einem durch dauerhaften Gebrauch aufgeladenen Toner auf, und es ist wahrscheinlicher, dass es in einer Umgebung mit niedrigen Temperaturen und geringer Luftfeuchtigkeit auftritt. Da der rücktransferierte Toner als Resttoner in einem Reinigungsgerät gelagert wird, kann die Größe des Resttonerbehälters nicht reduziert werden, wenn die Menge des rücktransferierten Toners groß ist. Darüber hinaus kann das Auftreten des Rücktransfers zu einer Verringerung der Bildqualität führen, z. B. zu einer Verringerung der Bilddichte oder zum Auftreten von Dichteungleichmäßigkeiten im Bild.

[0009] Um, wie oben beschrieben, eine längere Lebensdauer und eine geringere Größe des Druckers zu erreichen, ist es z.B. wünschenswert, sowohl die Unterdrückung von Bildverschmierung als auch den Rücktransfer zu erreichen.

[0010] Zur Unterdrückung des Bildverschmierens wurde eine Technik zur Verhinderung der Anhaftung von Stickstoffoxiden an der Oberfläche eines lichtempfindlichen Elements und zur Entfernung von Stickstoffoxiden mit einem Additiv vorgeschlagen. Ein bekanntes Mittel zur Verhinderung der Anhaftung von Stickstoffoxiden besteht beispielsweise darin, ein Fettsäuremetallsalz als externes Additiv hinzuzufügen, um das elektrostatische latente Bildträgerelement mit einem Fettsäuremetallsalz zu bedecken und dadurch die Anhaftung von Stickstoffoxiden zu unterdrücken.

[0011] In der japanischen Patentanmeldung Veröffentlichung-Nr. 2017-116849 wird ein Toner vorgeschlagen, bei dem der Anhaftungszustand eines Fettsäuremetallsalzes auf dem Toner gesteuert wird.

[0012] Darüber hinaus wird in der japanischen Patentanmeldung Veröffentlichung-Nr. 2013-164477 vorgeschlagen, sowohl Ladestabilität als auch Reinigungseigenschaften durch externe Zugabe von Siliciumdioxid, Titanoxid und einem Fettsäuremetallsalz zu einem Tonerteilchen in mehreren Stufen zu erreichen, um die Anhaftungsrate des Fettsäuremetallsalzes am Toner zu steuern.

[0013] Darüber hinaus wird in der japanischen Patentanmeldung Veröffentlichung-Nr. 2010-176068 vorgeschlagen, durch Zugabe eines Kompositfeinteilchens aus Titandioxid und Siliciumdioxid und eines Fettsäuremetallsalzes sowohl eine Ladeoptimierung als auch der Reinigungseigenschaften zu erreichen.

[0014] Die japanische Patentanmeldung Veröffentlichung-Nr. 2009-003083 schlägt vor, die Ladestabilität zu verbessern, indem der spezifische Durchgangswiderstand gesteuert und als ein externes Additiv Titanoxid, das mit einem Fettsäuremetallsalz oder dergleichen behandelt ist, hinzugegeben wird.

Zusammenfassung der Erfindung

[0015] Es hat sich jedoch herausgestellt, dass z.B. bei dem Toner, der in der japanischen Patentanmeldung Veröffentlichung-Nr. 2017-116849 offenbart wurde, zwar ein gewisser Effekt auf das Bildverschmieren bestätigt wird, es aber noch Raum für Untersuchungen unter dem Gesichtspunkt gibt, auch den Rücktransfer zu reduzieren, indem die Aufladung durch dauerhafte Nutzung unterdrückt wird.

[0016] So wurde festgestellt, dass in Bezug auf den Rücktransfer bei einer langfristigen Verwendung in einer Umgebung mit niedriger Temperatur und niedriger Luftfeuchtigkeit und die Bildverschmierung bei einer langfristigen Verwendung in einer Umgebung mit hoher Temperatur und hoher Luftfeuchtigkeit in den Tonern der oben genannten Patentdokumente noch Verbesserungsbedarf besteht.

[0017] Die vorliegende Erfindung stellt einen Toner bereit, der die oben genannten Probleme löst. Das heißt, die vorliegende Erfindung stellt einen Toner bereit, der in der Lage ist, eine scharfe Ladungsverteilung und einen Elementebeschichtungseffekt eines Fettsäuremetallsalzes durch dauerhaften Gebrauch aufrechtzuerhalten, und auch in der Lage ist, die Unterdrückung des Rücktransfers und die Unterdrückung von Bildverschmierung aufrechtzuerhalten.

[0018] Die vorliegenden Erfinder haben herausgefunden, dass die oben genannten Probleme gelöst werden können, indem ein Fettsäuremetallsalz, das zur Unterdrückung des Bildverschmierens notwendig ist, mit einem bestimmten Bedeckungsverhältnis in einem Tonerteilchen vorhanden ist, in dem Feinteilchen mit einem gesteuerten spezifischen Durchgangswiderstand in der Nähe der Tonerteilchenoberfläche vorhanden sind.

[0019] Toner, der ein Tonerteilchen umfasst, das ein Bindemittelharz beinhaltet, wobei
Feinteilchen A und Feinteilchen B auf einer Oberfläche des Tonerteilchens vorhanden sind;
die Feinteilchen A ein Fettsäuremetallsalz sind;
die Feinteilchen B einen spezifischen Durchgangswiderstand von 5,0 × 10 S2m bis 1,0 × 10^8 Ωm aufweisen; wenn,
eine durchschnittliche theoretische Oberfläche, die aus einem zahlengemittelten Teilchendurchmesser, der Teilchengrößenverteilung und der wahren Dichte des Tonerteilchens, gemessen mit einem Coulter-Zähler, erhalten wird, mit C (m^2/g) bezeichnet wird,
eine Menge der Feinteilchen A in Bezug auf 100 Massenteile des Tonerteilchens mit D (Massenteile) bezeichnet wird, und
ein Bedeckungsverhältnis einer Oberfläche des Tonerteilchens durch die Feinteilchen A mit E (%) bezeichnet wird,
die unteren Formeln (1) und (2) erfüllt sind:

$$0{,}03 \leq D/C \leq 1{,}50 \quad (1),$$

$$E/(D/C) \leq 50{,}0 \quad (2);$$

eine Menge der Feinteilchen B von 0,10 Massenteilen bis 3,00 Massenteilen, bezogen auf 100 Massenteile des Tonerteilchens, beträgt; und
bei einer Betrachtung eines Querschnitts des Toners mit einem Transmissionselektronenmikroskop ein Anteil F einer Fläche, die von einem Teil der Feinteilchen B eingenommen wird, in der eine Länge eines Abschnitts von jedem Feinteilchen B in Kontakt mit dem Tonerteilchen 50% oder mehr einer Umfangslänge von jedem der Feinteilchen B beträgt, und der sich in einem oberflächennahen Bereich von einer Kontur eines Querschnitts von einem Tonerteilchen bis 30 nm nach Innen in Richtung eines Schwerpunktes des Querschnitts zeigt, in einer Gesamtfläche, die von den im Querschnitt eines Tonerteilchens vorhandenen Feinteilchen B eingenommen wird, 50 Flächen-% oder mehr beträgt.

[0020] Die vorliegende Erfindung kann ein Toner bereitstellen, der in der Lage ist, eine scharfe Ladungsverteilung und einen Elementebeschichtungseffekt eines Fettsäuremetallsalzes durch dauerhaften Gebrauch aufrechtzuerhalten, und auch in der Lage ist, die Unterdrückung des Rücktransfers und die Unterdrückung von Bildverschmierung aufrechtzuerhalten.

[0021] Weitere Merkmale der vorliegenden Erfindung werden aus der folgenden Beschreibung beispielhafter Ausführungsformen ersichtlich.

Beschreibung der Ausführungsformen

[0022] Sofern nicht anders angegeben, enthalten die Beschreibungen von Zahlenbereichen, wie etwa „von XX bis YY“ oder „XX bis YY“, in der vorliegenden Erfindung die Zahlen an der oberen und unteren Grenze des Bereichs.

[0023] Wie oben beschrieben, ist es zur Unterdrückung des Bildverschmierens wichtig, das Anhaften von Stickoxiden an der Oberfläche des lichtempfindlichen Elements zu verhindern, und die Beschichtung der Oberfläche des lichtempfindlichen Elements mit einem Fettsäuremetallsalz ist bekanntermaßen in dieser Hinsicht wirksam.

[0024] Inzwischen wurde festgestellt, dass, wenn die Rotationsgeschwindigkeit einer Entwicklungswalze und die Rührgeschwindigkeit eines Entwicklers aufgrund einer Geschwindigkeitserhöhung des Druckers erhöht werden, unter bestimmten Prozessbedingungen der herkömmliche Toner, der ein Fettsäuremetallsalz enthält, die Wirkung der Beschichtung der Oberfläche des lichtempfindlichen Elements mit dem Fettsäuremetallsalz über einen langen Gebrauchszeitraum nicht aufrechterhalten kann. Der Grund hierfür wird im Folgenden erläutert.

[0025] Beim herkömmlichen Toner wird neben dem Fettsäuremetallsalz auch ein externes Additiv, wie etwa Siliciumdioxid- oder Titandioxidteilchen hinzugefügt. Das Fettsäuremetallsalz ist ein formbares Material, das leicht verformbar ist und sich unter der Einwirkung von Scherkräften auf der Oberfläche der Tonerteilchen ausbreitet. Zu diesem Zeitpunkt sammelt das Fettsäuremetallsalz Siliciumdioxid und Titandioxid, d.h. die externen Additive, wie etwa Siliciumdioxid und Titandioxid, lösen sich leicht von der Oberfläche der Tonerteilchen, so dass die Aufladung ungleichmäßig wird und Bilddefekte, wie etwa Schleierbildung, auftreten.

[0026] Darüber hinaus hat sich herausgestellt, dass der konventionelle Toner, der ein Fettsäuremetallsalz enthält, das Problem hat, dass es wahrscheinlich ist, dass der Rücktransfer aufgrund einer Erhöhung der Geschwindigkeit des Druckers auftritt. Der Grund hierfür wird im Folgenden erläutert.

[0027] Es wird davon ausgegangen, dass im Falle eines negativ-ladbaren Toners der auf das Zwischentransferelement in einer Bilderzeugungseinheit auf der stromaufwärts gelegenen Seite transferierte Toner (Primärtransfer) beim Durchlaufen eines Potentialabschnitts eines Nicht-Bildabschnitts des lichtempfindlichen Elements in einer Bilderzeugungseinheit auf der stromabwärts gelegenen Seite entladen wird und die Polarität von minus zu plus umgekehrt wird, wodurch der Rücktransfer des Toners auf das lichtempfindliche Element bewirkt wird.

[0028] Insbesondere wird davon ausgegangen, dass bei der Erzeugung eines Bildes mit einem Toner, der in mehreren Schichten auf dem Zwischentransferelement aufgetragen wird, die Polarität des Toners der unteren Schicht eher umgekehrt wird und der Toner der oberen Schicht übermäßig geladen werden kann (Aufladung), so dass ein Rücktransfer wahrscheinlich ist. Insbesondere in einer Umgebung mit niedrigen Temperaturen und geringer Luftfeuchtigkeit wird die Polaritätsumkehrung des Toners übermäßig stark, so dass der Rücktransfer wahrscheinlicher wird.

[0029] Wie oben beschrieben, ist es unter der Annahme einer höheren Geschwindigkeit und einer kleineren Druckergröße in der Zukunft wichtig, die folgenden beiden Ergebnisse in einem Toner zu erzielen, der ein Fettsäuremetallsalz verwendet, um das Bildverschmieren zu unterdrücken. Daher ist es wichtig, (1) die Beibehaltung des Beschichtungsfilmeffekts des Fettsäuremetallsalzes auf die Oberfläche des lichtempfindlichen Elements zu verbessern und (2) das Auftreten eines Rücktransfers aufgrund der Verwendung des Fettsäuremetallsalzes zu unterdrücken.

[0030] Lassen Sie uns zunächst überlegen, wie der Beschichtungsfilmeffekt des Fettsäuremetallsalzes auf der Oberfläche des lichtempfindlichen Bauteils aufrechterhalten werden kann.

[0031] Da das Fettsäuremetallsalz, wie oben beschrieben, hochgradig formbar ist, wird das Metallsalz, wenn die Reibfestigkeit zunimmt, leicht gestreckt und es wird wahrscheinlich, dass Feinteilchen, wie etwa Siliciumdioxid und Titandioxid, gesammelt werden. Darüber hinaus wandert das gestreckte Fettsäuremetallsalz aufgrund einer Zunahme der Haftkraft zur Oberfläche der Tonerteilchen kaum auf die Oberfläche des lichtempfindlichen Elements und kann die Oberfläche des lichtempfindlichen Elements nicht ausreichend bedecken. Daher ist es wichtig, dass die Fettsäuremetallsalzteilchen so, wie sie sind, ohne sich zu strecken, an die Oberfläche des Tonerteilchens angefügt sind.

[0032] Als nächstes haben die vorliegenden Erfinder eine Verfahren zur Unterdrückung des Rücktransfers aufgrund von Toneraufladung in Betracht gezogen. Es ist notwendig, dass der Toner die optimale Ladungsmenge hat, aber es wurde als wichtig erachtet, eine Struktur zu gewährleisten, die eine übermäßige Aufladung ableitet, um die optimale Ladungsmenge aufrechtzuerhalten und die Aufladung bei langfristiger Verwendung zu unterdrücken. Zu diesem Zweck wurde die Verwendung von Feinteilchen mit gesteuertem spezifischem Durchgangswiderstand in Betracht gezogen.

[0033] Es wurde jedoch festgestellt, dass dort, wo Feinteilchen mit gesteuertem spezifischem Durchgangswiderstand, wie etwa ein externes Additiv, auf der äußersten Oberfläche des Toners angeordnet sind, eine Ladungsleckage wahrscheinlich ist und die optimale Ladungsmenge nur schwer aufrechtzuerhalten ist. Daher ist es durch die Anordnung einer bestimmten Menge an Feinteilchen mit gesteuertem spezifischem Durchgangswiderstand in der Nähe der Oberfläche der Tonerteilchen möglich, die Aufladung zu unterdrücken und gleichzeitig die optimale Ladungsmenge aufrechtzuerhalten, und der Rücktransfer kann auch nach Langzeitgebrauch unterdrückt werden.

[0034] Darüber hinaus ist es möglich, die Probleme des Bildverschmierens und des Rücktransfers zu lösen, indem Feinteilchen mit gesteuertem spezifischen Durchgangswiderstand in der Nähe der Oberfläche des Tonerteilchens angeordnet werden und das Fettsäuremetallsalz in Form von Teilchen, ohne Deagglomeration oder Streckung, auf der Toneroberfläche angeordnet werden. Es wird davon ausgegangen, dass bei einer solchen Konfiguration, wenn das Fettsäuremetallsalz zur Oberfläche des lichtempfindlichen Elements wandert, da darin einige Feinteilchen mit gesteuertem spezifischen Durchgangswiderstand enthalten sind, das Bildverschmieren erheblich verbessert werden kann.

[0035] Die vorliegenden Erfinder vermuten, dass dies darauf zurückzuführen ist, dass einige Feinteilchen mit gesteuertem spezifischem Durchgangswiderstand in dem wandernden Fettsäuremetallsalz enthalten sind, um einen Verbundstoff zu bilden, wodurch die Gleitfähigkeit auf der Oberfläche des lichtempfindlichen Elements erheblich verbessert und eine gleichmäßige Beschichtung der Oberfläche des lichtempfindlichen Elements ermöglicht wird.

[0036] Es hat sich herausgestellt, dass mit einem solchen Toner der Rücktransfer auch bei langfristiger dauerhafter Verwendung in einer Umgebung mit niedriger Temperatur und geringer Luftfeuchtigkeit unterdrückt werden kann, und dass das Bildverschmieren in einer Umgebung mit hoher Temperatur und hoher Luftfeuchtigkeit deutlich unterdrückt werden kann. Die vorliegende Erfindung ist auf der Grundlage dieser Erkenntnis entstanden.

[0037] Insbesondere wird ein Toner bereitgestellt, der ein Tonerteilchen beinhaltet, das ein Bindemittelharz beinhaltet, wobei
Feinteilchen A und Feinteilchen B auf einer Oberfläche des Tonerteilchens vorhanden sind;
die Feinteilchen A aus einem Fettsäuremetallsalz gebildet sind;
die Feinteilchen B einen spezifischen Durchgangswiderstand von 5,0 × 10 Ωm bis 1,0 × 10^8 Ωm aufweisen;
wenn eine durchschnittliche theoretische Oberfläche, die aus einem zahlengemittelten Teilchendurchmesser, der Teilchengrößenverteilung und der wahren Dichte des Tonerteilchens, gemessen mit einem Coulter-Zähler, erhalten wird, mit C (m^2/g) bezeichnet wird, eine Menge der Feinteilchen A in Bezug auf 100 Massenteile des Tonerteilchens mit D (Massenteile) bezeichnet wird, und ein Bedeckungsverhältnis einer Oberfläche des Tonerteilchens durch die Feinteilchen A mit E (%) bezeichnet wird, die unteren Formeln (1) und (2) erfüllt sind:

eine Menge der Feinteilchen B von 0,10 Massenteilen bis 3,00 Massenteilen, bezogen auf 100 Massenteile des Tonerteilchens, beträgt; und

bei einer Betrachtung eines Querschnitts des Toners mit einem Transmissionselektronenmikroskop ein Anteil F einer Fläche, die von einem Teil der Feinteilchen B eingenommen wird, in der eine Länge eines Abschnitts von jedem Feinteilchen B in Kontakt mit dem Tonerteilchen 50% oder mehr einer Umfangslänge von jedem der Feinteilchen B beträgt, und der sich in einem oberflächennahen Bereich von einer Kontur eines Querschnitts von einem Tonerteilchen bis 30 nm nach Innen in Richtung eines Schwerpunktes des Querschnitts zeigt, in einer Gesamtfläche, die von den im Querschnitt eines Tonerteilchens vorhandenen Feinteilchen B eingenommen wird, 50 Flächen-% oder mehr beträgt:

$$0{,}03 \leq D/C \leq 1{,}50 \qquad (1),$$

$$E/(D/C) \leq 50{,}0 \qquad (2).$$

[0038] Es ist wichtig, dass der spezifische Durchgangswiderstand des Feinteilchens B von 5,0 × 10 Ωm bis 1,0 × 10^8 Ωm liegt. Wenn der spezifische Durchgangswiderstand weniger als 5,0 × 10 Ωm beträgt, ist es für den Toner schwierig, eine angemessene Ladeleistung aufrechtzuerhalten, und die Bilddichte nimmt tendenziell ab. Wenn der spezifische Durchgangswiderstand größer als 1,0 × 10^8 Ωm ist, ist es für die Ladung schwierig, zum Zeitpunkt des Aufladens zu entweichen, und der Rücktransfer ist wahrscheinlich.

[0039] Der spezifische Durchgangswiderstand des Feinteilchens B beträgt bevorzugt 1,0 × 10^2 Ωm bis 5,0 × 10^7 nm, und stärker bevorzugt 1,0 × 10^4 Ωm bis 5,0 × 10^7 Ωm.

[0040] Darüber hinaus kann auch ein Kompositoxidfeinteilchen aus zwei oder mehr Metallarten verwendet werden, und es kann auch ein Feinteilchen aus einer Art oder Feinteilchen aus zwei oder mehr Arten verwendet werden, die durch willkürliche Kombination von Teilchen aus einer Gruppe dieser Feinteilchen ausgewählt werden.

[0041] Der spezifische Durchgangswiderstand kann bei der Herstellung von Titanoxid durch eine Kalzinierungstemperatur und die Menge eines Oberflächenbehandlungsmittels gesteuert werden.

[0042] Es ist wichtig, dass die Menge der Feinteilchen B im Toner von 0,10 Massenteilen bis 3,00 Massenteilen bezogen auf 100 Massenteile des Tonerteilchens beträgt, um den Rücktransfer durch eine Langzeitverwendung zufriedenstellend zu unterdrücken. Beträgt die Menge weniger als 0,10 Massenteile, ist es schwierig, dass die Ladung zum Zeitpunkt des Aufladens entweicht, und der Rücktransfer tritt leicht auf. Beträgt die Menge mehr als 3,00 Massenteile, ist es für den Toner schwierig, eine ausreichende Ladeleistung aufrechtzuerhalten, und die Bilddichte nimmt tendenziell ab.

[0043] Die Menge der Feinteilchen B im Toner beträgt bevorzugt von 0,30 Massenteile bis 2,50 Massenteile, und stärker bevorzugt von 0,50 Massenteile bis 2,50 Massenteile, bezogen auf 100 Massenteile des Tonerteilchens.

[0044] In einer Querschnittsbetrachtung des Toners mit einem Transmissionselektronenmikroskop TEM beträgt ein Anteil F einer Fläche, die von einem Teil der Feinteilchen B eingenommen wird, in der eine Länge eines Abschnitts von jedem Feinteilchen B in Kontakt mit dem Tonerteilchen 50% oder mehr einer Umfangslänge von jedem der Feinteilchen B beträgt, und der sich in einem oberflächennahen Bereich von einer Kontur eines Querschnitts von einem Tonerteilchen bis 30 nm nach Innen in Richtung eines Schwerpunktes des Querschnitts zeigt, in einer Gesamtfläche, die von den im Querschnitt eines Tonerteilchens vorhandenen Fein-

teilchen B eingenommen wird, 50 Flächen-% oder mehr. Innerhalb dieses Bereichs können der Rücktransfer und das Bildverschmieren unterdrückt werden.

[0045] Wenn das Verhältnis F innerhalb des obigen Bereichs liegt, bedeutet dies, dass die meisten Feinteilchen B im Tonerteilchen eingebettet sind und sich nahe der Oberfläche des Tonerteilchens befinden. Bei einer solchen Struktur kann die Ladung entweichen und die optimale Ladung auch im Langzeiteinsatz beibehalten werden, so dass der Rücktransfer leicht unterdrückt werden kann.

[0046] Wenn F weniger als 50 Flächen-% beträgt, sind viele Feinteilchen B nicht im Tonerteilchen eingebettet. Daher lösen sich die Feinteilchen B bei Langzeitverwendung vom Toner oder können leichter gesammelt werden, wenn das Fettsäuremetallsalz, das in Form der Feinteilchen A vorliegt, auf die Oberfläche des lichtempfindlichen Elements wandert. Infolgedessen ist es wahrscheinlich, dass sich der Toner auflädt, und es kommt wahrscheinlich zu einem Rücktransfer.

[0047] Der Anteil F beträgt bevorzugt 60 Flächen-% oder mehr, und stärker bevorzugt 70 Flächen-% oder mehr. Unterdessen ist die Obergrenze nicht besonders begrenzt, sondern liegt bevorzugt bei 100 Flächen-% oder weniger. Der Anteil F kann durch Verändern der Herstellungsbedingungen bei der Zugabe der Feinteilchen B zu den Tonerteilchen, der Glasübergangstemperatur Tg (°C) des Tonerteilchens und des zahlengemittelten Teilchendurchmessers der Primärteilchen der Feinteilchen B gesteuert werden.

[0048] Der zahlengemittelte Teilchendurchmesser der Primärteilchen der Feinteilchen B beträgt bevorzugt von 5 nm bis 50 nm, so dass die Teilchen beim Aufladen als Leckagestelle fungieren könnten. Stärker bevorzugt beträgt der zahlengemittelte Teilchendurchmesser von 5 nm bis 25 nm.

[0049] Es ist bevorzugt, dass die Feinteilchen C auf der Tonerteilchenoberfläche vorhanden sind. Die Feinteilchen C sind bevorzugt Siliciumdioxidfeinteilchen. Der zahlengemittelte Teilchendurchmesser der Primärteilchen der Feinteilchen C beträgt bevorzugt von 5 nm bis 50 nm und stärker bevorzugt von 5 nm bis 30 nm.

[0050] Siliciumdioxidfeinteilchen mit einem Teilchendurchmesser von 5 nm bis 50 nm lassen sich leicht elektrostatisch aggregieren und sind schwer zu deagglomerieren. Wenn jedoch die Feinteilchen B auf der Oberfläche der Tonerteilchen vorhanden sind, wird die elektrostatische Aggregation der Siliciumdioxidfeinteilchen abgeschwächt, und die Dispergierbarkeit der Siliciumdioxidfeinteilchen auf der Oberfläche der Tonerteilchen wird leicht verbessert. Daher kann durch die externe Zugabe des externen Additivs C die Ladungsverteilung auf der Tonerteilchenoberfläche leicht vereinheitlicht und die Ladungsverteilung geschärft werden. Infolgedessen wird die Bilddichtegleichmäßigkeit verbessert.

[0051] Unter dem Gesichtspunkt der Bilddichtegleichmäßigkeit ist es bevorzugt, dass bei einer Querschnittsbetrachtung des Toners mit einem Transmissionselektronenmikroskop TEM ein Anteil einer Fläche, die von einem Teil der Feinteilchen C eingenommen wird, in der eine Länge eines Abschnitts von jedem der Feinteilchen B in Kontakt mit dem Tonerteilchen 50% oder mehr einer Umfangslänge von jedem der Feinteilchen C beträgt, und der sich in einem oberflächennahen Bereich von der Kontur des Querschnitts von einem Tonerteilchen bis 30 nm nach Innen in Richtung eines Schwerpunktes des Querschnitts zeigt, in einer Gesamtfläche, die von den im Querschnitt eines Tonerteilchens vorhandenen Feinteilchen C eingenommen wird, 40 Flächen-% oder mehr beträgt.

[0052] Der Flächenanteil beträgt bevorzugt 35 Flächen-% oder weniger, und stärker bevorzugt 28 Flächen-% oder weniger. Unterdessen ist die Untergrenze nicht besonders begrenzt, beträgt aber bevorzugt 0 Flächen-% oder mehr.

[0053] Das heißt, es wird gezeigt, dass die meisten Feinteilchen C nicht im Tonerteilchen eingebettet sind. Infolgedessen kommt es zu einer Wechselwirkung zwischen den Feinteilchen B und den Feinteilchen C in der Nähe der Tonerteilchenoberfläche, die Dispergierbarkeit der Feinteilchen C auf der Tonerteilchenoberfläche wird verbessert, und die Bilddichtegleichmäßigkeit wird weiter verbessert.

[0054] Der Anteil der von den Feinteilchen C eingenommenen Fläche kann durch Verändern der Herstellungsbedingungen bei der Zugabe der Feinteilchen C zu den Tonerteilchen, der Glasübergangstemperatur Tg (°C) der Tonerteilchen und des zahlengemittelten Teilchendurchmessers der Primärteilchen der Feinteilchen C gesteuert werden.

[0055] Die Menge der Feinteilchen C beträgt bevorzugt von 0,3 Massenteile bis 2,0 Massenteile, bezogen auf 100 Massenteile des Tonerteilchens.

[0056] Im Folgenden werden die Feinteilchen A beschrieben. Die Feinteilchen A sind aus einem Fettsäuremetallsalz gebildet.

[0057] Das Fettsäuremetallsalz ist bevorzugt ein Salz aus zumindest einem Metall ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Zink, Calcium, Magnesium, Aluminium und Lithium. Weiterhin ist ein Fettsäure-Zinksalz oder ein Fettsäure-Calciumsalz stärker bevorzugt, und ein Fettsäure-Zinksalz ist noch stärker bevorzugt. Wenn diese verwendet werden, tritt der Effekt der vorliegenden Erfindung stärker hervor.

[0058] Als die Fettsäure des Fettsäuremetallsalzes ist eine höhere Fettsäure mit von 8 bis 28 Kohlenstoffatomen (stärker bevorzugt von 12 bis 22 Kohlenstoffatome) bevorzugt. Das Metall ist bevorzugt ein zweiwertiges oder höherwertiges mehrwertiges Metall. Das heißt, die Feinteilchen A sind bevorzugt ein Fettsäuremetallsalz eines zweiwertigen oder höherwertigen (stärker bevorzugt zweiwertigen oder dreiwertigen, stärker bevorzugt zweiwertigen) mehrwertigen Metalls und einer Fettsäure mit von 8 bis 28 (stärker bevorzugt von 12 bis 22) Kohlenstoffatomen.

[0059] Wenn eine Fettsäure mit 8 oder mehr Kohlenstoffatomen verwendet wird, lässt sich die Bildung freier Fettsäuren leicht unterdrücken. Die Menge der freien Fettsäure beträgt bevorzugt 0,20 Massen-% oder weniger. Wenn die Fettsäure 28 oder weniger Kohlenstoffatome aufweist, wird der Schmelzpunkt des Fettsäuremetallsalzes nicht zu hoch, und es ist unwahrscheinlich, dass die Fixierleistung gehemmt wird. Stearinsäure ist als Fettsäure besonders bevorzugt. Das zwei- oder höherwertige Metall benhaltet bevorzugt Zink.

[0060] Beispiele für Fettsäuremetallsalze beinhalten Metallstearate, wie etwa Zinkstearat, Calciumstearat, Magnesiumstearat, Aluminiumstearat, Lithiumstearat und dergleichen, sowie Zinklaurat.

[0061] Wenn eine durchschnittliche theoretische Oberfläche, die aus einem zahlengemittelten Teilchendurchmesser, der Teilchengrößenverteilung und der wahren Dichte des Tonerteilchens, gemessen mit einem Coulter-Zähler, erhalten wird, mit C (m^2/g) bezeichnet wird,
eine Menge der Feinteilchen A in Bezug auf 100 Massenteile des Tonerteilchens mit D (Massenteile) bezeichnet wird, und
ein Bedeckungsverhältnis einer Oberfläche des Tonerteilchens durch die Feinteilchen A mit E (%) bezeichnet wird, sind die unteren Formeln (1) und (2) erfüllt:

$$0{,}03 \leq D/C \leq 1{,}50 \qquad (1),$$

$$E/\left(D/C\right) \leq 50{,}0 \qquad (2)$$

[0062] Die durchschnittliche theoretische Oberfläche C (m^2/g) beträgt bevorzugt von 0,60 bis 1,50 und stärker bevorzugt von 0,90 bis 1,10.

[0063] Das Bedeckungsverhältnis E (%) beträgt bevorzugt von 0,3 bis 40,0, und stärker bevorzugt von 0,5 bis 20,0.

[0064] D/C ist ein Ausdruck, der es ermöglicht zu verstehen, wie stark die Feinteilchen A das Tonerteilchen bedecken, wenn das Tonerteilchen kugelförmig ist, und D/C ist als „theoretisches Bedeckungsverhältnis“ definiert. E/(D/C) ist ein Ausdruck, der den Grad der tatsächlichen Bedeckung in Bezug auf das „theoretische Bedeckungsverhältnis“ darstellt.

[0065] D/C muss zwischen 0,03 und 1,50 betragen. Bei einem D/C-Wert von weniger als 0,03 reicht die Wanderung der Feinteilchen A auf die Oberfläche des lichtempfindlichen Elements nicht aus, und es wird schwierig, das Bildverschmieren zu unterdrücken. Unterdessen, wenn D/C 1,50 übersteigt, reicht die Unterdrückung der Aufladung durch die Feinteilchen B nicht aus, und der Rücktransfer erfolgt. D/C beträgt bevorzugt von 0,05 bis 1,50, und stärker bevorzugt von 0,10 bis 1,50.

[0066] Es ist wichtig, dass E/(D/C) 50,0 oder weniger beträgt. Das E/(D/C) von 50,0 oder weniger bedeutet, dass das tatsächliche Bedeckungsverhältnis niedriger ist als das „theoretische Bedeckungsverhältnis“. Dies

bedeutet, wie oben erwähnt, dass das Fettsäuremetallsalz in Form von Teilchen, ohne Streckung, an der Oberfläche der Tonerteilchen angefügt oder fixert ist.

[0067] Wenn E/(D/C) 50,0 übersteigt, streckt die externe Zugabe das auf der Oberfläche der Tonerteilchen vorhandene Fettsäuremetallsalz. In diesem Fall kann die Ladung, die sich nach Langzeitverwendung im Toner angesammelt hat, nicht effizient freigesetzt werden, und es kommt zum Rücktransfer.

[0068] E/(D/C) beträgt bevorzugt 45,0 oder weniger, stärker bevorzugt 40,0 oder weniger. Unterdessen ist die Untergrenze nicht besonders begrenzt, beträgt aber bevorzugt 3,0 oder mehr, und stärker bevorzugt 10, 0 oder mehr.

[0069] Mittel zur Einpassung in den Bereich der obigen Formel (2) lassen sich am Beispiel des Designs von Tonerteilchen und der Optimierung von Mischprozessbedingungen und dergleichen veranschaulichen.

[0070] Die Zugabemenge (Menge D) des Fettsäuremetallsalzes beträgt bevorzugt von 0,02 Massenteile bis 1,80 Massenteile, und stärker bevorzugt von 0,10 Massenteile bis 0,50 Massenteile, bezogen auf 100 Massenteile des Tonerteilchens. Wenn die Zugabemenge 0,02 Massenteile oder mehr beträgt, kann der Effekt der Zugabe erzielt werden. Beträgt die Zugabemenge weniger als 1,80 Massenteile, wird die Anhaftung an eine Entwicklungsklinge oder dergleichen unterdrückt, und Bilddefekte, wie etwa Entwicklungsstreifen, treten kaum auf.

[0071] Der mittlere Durchmesser (D50s) des Fettsäuremetallsalzes (Feinteilchen A) auf Volumenbasis beträgt bevorzugt von 0,15 µm bis 3,00 µm, und stärker bevorzugt von 0,30 µm bis 3,00 µm. Wenn der mittlere Durchmesser 0,15 µm oder mehr beträgt, wird das Fettsäuremetallsalz ausreichend auf die Oberfläche des lichtempfindlichen Elements transferiert, und das Bildverschmieren wird leicht unterdrückt. Wenn der Teilchendurchmesser 3,00 µm oder weniger beträgt, wird das Anfügen an eine Entwicklungsklinge oder dergleichen unterdrückt, und Bilddefekte, wie etwa Entwicklungsstreifen, treten nicht leicht auf.

[0072] Das Fettsäuremetallsalz hat bevorzugt einen durch die folgende Formel (4) definierten Spannwert B von 1,75 oder weniger.

$$\text{Spannwert B} = (D95s - D5s)/D50s \qquad (4)$$

D5s: 5% integrierter Durchmesser des Fettsäuremetallsalzes auf Volumenbasis.
D50s: 50% integrierter Durchmesser des Fettsäuremetallsalzes auf Volumenbasis.
D95s: 95% integrierter Durchmesser des Fettsäuremetallsalzes auf Volumenbasis.

[0073] Der Spannwert B ist ein Index, der die Teilchengrößenverteilung des Fettsäuremetallsalzes angibt. Wenn der Spannwert B 1,75 oder weniger beträgt, wird die Streuung des Teilchendurchmessers des im Toner vorhandenen Fettsäuremetallsalzes klein, so dass eine bessere Ladungsstabilität erzielt werden kann. Dadurch wird die Menge des mit entgegengesetzter Polarität geladenen Toners verringert, und der Rücktransfer kann unterdrückt werden. Der Spannwert B beträgt bevorzugt 1,50 oder weniger, da ein stabileres Bild erhalten wird. Ein stärker bevorzugter Wert ist 1,35 oder weniger. Die Untergrenze ist nicht besonders begrenzt, liegt aber bevorzugt bei 0,50 oder mehr.

[0074] Wenn das Fixierverhältnis der Feinteilchen A zum Tonerteilchen mit G (%) bezeichnet wird, erfüllt ein Verhältnis zwischen dem Flächenverhältnis F und G bevorzugt die folgende Formel (3) und stärker bevorzugt die Formel (3').

$$2{,}0 \leq (100 - G)/(100 - F) \leq 8{,}0 \qquad (3)$$

$$3{,}0 \leq (100 - G)/(100 - F) \leq 6{,}0 \qquad (3')$$

[0075] Innerhalb dieser Bereiche kann die Bildverschmierung weitgehend unterdrückt werden, und Entwicklungsstreifen können unterdrückt werden. Der oben genannte Bereich kann durch einen hohen Einbettungsgrad der Feinteilchen B und durch Anfügen und Fixieren des Fettsäuremetallsalzes bei einem im Verhältnis zur Menge geringen Bedeckungsverhältnis realisiert werden.

[0076] Mit anderen Worten, da die Feinteilchen B in der Form, die die oben genannten Formeln erfüllen, teilweise an das Fettsäuremetallsalz angefügt sind, das auf die Oberfläche des lichtempfindlichen Elements wandert, und mit diesem einen Verbundstoff bilden, ist es, wie oben erwähnt, möglich, das Bildverschmieren deutlich zu unterdrücken. Ferner wird infolge der Verbundstoffbildung der Feinteilchen A und der Feinteilchen B auch die Haftkraft der Feinteilchen A zur Klinge durch die Feinteilchen B verringert, so dass die Verschmelzung zur Klinge reduziert wird und die Teilchen leicht an der Entwicklungsklinge vorbeilaufen, wodurch auch die Entwicklungsstreifen unterdrückt werden können.

[0077] Das Fixierverhältnis G (%) der Feinteilchen A zum Tonerteilchen beträgt bevorzugt von 0,0 bis 8,0 und stärker bevorzugt von 0,0 bis 6,0.

[0078] Durch Steuern des Teilchendurchmessers der Feinteilchen A und der mechanischen Einschlagkraft (Umfangsgeschwindigkeit und Rührzeit) im externen Zugabeschritt (dem Schritt des Mischens der Tonerteilchen mit den Feinteilchen A) kann das Fixierverhältnis G der Feinteilchen A auf einen bevorzugten Bereich gesteuert werden.

[0079] Die Feinteilchen B werden im Folgenden beschrieben. Die Feinteilchen B können einen spezifischen Durchgangswiderstand von 5,0 × 10 S2m bis 1,0 × 10^8 Ωm aufweisen und enthalten bevorzugt zumindest eine Art von Teilchen ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Titanoxidfeinteilchen, Strontiumtitanatfeinteilchen und Aluminiumoxidfeinteilchen. Noch stärker bevorzugt sind die Feinteilchen B zumindest eine Art von Teilchen ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Titanoxidfeinteilchen, Strontiumtitanatfeinteilchen und Aluminiumoxidfeinteilchen. Zumindest eine Art von Teilchen ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Titanoxidfeinteilchen und Strontiumtitanatfeinteilchen, ist stärker bevorzugt, und Strontiumtitanat ist noch stärker bevorzugt.

[0080] Da Strontiumtitanat eine hexaedrische Form hat und die Kontaktfläche mit dem Tonerteilchen vergrößern kann, ist es möglich, die im Tonerteilchen angesammelten Ladungen aufgrund der dauerhaften Nutzung effizient freizusetzen. Darüber hinaus können Kompositoxidfeinteilchen aus zwei oder mehr Arten von Metallen verwendet werden, und es können auch zwei oder mehr Arten verwendet werden, die in einer beliebigen Kombination aus diesen Feinteilchengruppen ausgewählt werden.

[0081] Die Feinteilchen B können zum Zweck der Hydrophobierung oberflächenbehandelt sein.

[0082] Beispiele für das Hydrophobierungsmittel beinhalten Chlorsilane, wie etwa Methyltrichlorsilan, Dimethyldichlorsilan, Trimethylchlorsilan, Phenyltrichlorsilan, Diphenyldichlorsilan, t-Butyldimethylchlorsilan, Vinyltrichlorsilan und dergleichen;
Alkoxysilane, wie etwa Tetramethoxysilan, Methyltrimethoxysilan, Dimethyldimethoxysilan, Phenyltrimethoxysilan, Diphenyldimethoxysilan, o-Methylphenyltrimethoxysilan, p-Methylphenyltrimethoxysilan, n-Butyltrimethoxysilan, i-Butyltrimethoxysilan, Hexyltrimethoxysilan, Octyltrimethoxysilan, Decyltrimethoxysilan, Dodecyltrimethoxysilan, Tetraethoxysilan, Methyltriethoxysilan, Dimethyldiethoxysilan, Phenyltriethoxysilan, Diphenyldiethoxysilan, i-Butyltriethoxysilan, Decyltriethoxysilan, Vinyltriethoxysilan, γ-Methacryloxypropyltrimethoxysilan, γ-Glycidoxypropyltrimethoxysilan, γ-Glycidoxypropylmethyldimethoxysilan, γ-Mercaptopropyltrimethoxysilan, γ-Chlorpropyltrimethoxysilan, γ-Aminopropyltrimethoxysilan, γ-Aminopropyltriethoxysilan, γ-(2-Aminoethyl)aminopropyltrimethoxysilan, γ-(2-Aminoethyl)aminopropylmethyldimethoxysilan und dergleichen;
Silazane, wie etwa Hexamethyldisilazan, Hexaethyldisilazan, Hexapropyldisilazan, Hexabutyldisilazan, Hexapentyldisilazan, Hexahexyldisilazan, Hexacyclohexyldisilazan, Hexaphenyldisilazan, Divinyltetramethyldisilazan, Dimethyltetravinyldisilazan und dergleichen;
Siliconöle, wie etwa Dimethylsiliconöl, Methylwasserstoffsiliconöl, Methylphenylsiliconöl, Alkyl-modifiziertes Siliconöl, Chloralkyl-modifiziertes Siliconöl, Chlorphenyl-modifiziertes Siliconöl, Fettsäure-modifiziertes Siliconöl, Polyether-modifiziertes Siliconöl, Alkoxy-modifiziertes Siliconöl, Carbinolmodifizierte Siliconöle, Amino-modifizierte Siliconöle, Fluor-modifizierte Siliconöle, Terminal-reaktive Siliconöle und dergleichen;
Siloxane, wie etwa Hexamethylcyclotrisiloxan, Octamethylcyclotetrasiloxan, Decamethylcyclopentasiloxan, Hexamethyldisiloxan, Octamethyltrisiloxan und dergleichen.

[0083] Beispiele für Fettsäuren und deren Metallsalze beinhalten langkettige Fettsäuren, wie etwa Undecylsäure, Laurinsäure, Tridecylsäure, Dodecylsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Pentadecylsäure, Stearinsäure, Heptadecylsäure, Arachinsäure, Montansäure, Ölsäure, Linolsäure, Arachidonsäure und dergleichen, und Salze der Fettsäuren mit Metallen, wie etwa Zink, Eisen, Magnesium, Aluminium, Calcium, Natrium, Lithium und dergleichen.

[0084] Unter diesen werden Alkoxysilane, Silazane und Silikonöle bevorzugt verwendet, da sie eine hydrophobe Behandlung erleichtern. Eines dieser Hydrophobierungsmittel kann allein verwendet werden, oder zwei oder mehrere davon können in Kombination verwendet werden.

[0085] Die Feinteilchen C werden im Folgenden beschrieben. Die Feinteilchen C sind aus Siliciumdioxidfeinteilchen gebildet und können solche sein, die durch ein Trockenverfahren, wie etwa pyrogene Kieselsäure, erhalten werden oder durch ein Nassverfahren, wie z.B. ein Sol-Gel-Verfahren, erhalten werden. Unter dem Gesichtspunkt der Ladeleistung ist es bevorzugt, Siliciumdioxidfeinteilchen zu verwenden, die durch ein Trockenverfahren erhalten werden.

[0086] Darüber hinaus können die Feinteilchen C oberflächenbehandelt werden, um Hydrophobie und Fließfähigkeit zu verleihen. Das Hydrophobisierungsverfahren kann durch ein Verfahren zur chemischen Behandlung mit einer Organosiliciumverbindung, die mit Siliciumdioxidfeinteilchen reagiert oder physikalisch adsorbiert, veranschaulicht werden. Bei einem bevorzugten Verfahren wird Siliciumdioxid, das durch Dampfphasenoxidation eines Siliciumhalogenids hergestellt wurde, mit einer Organosiliciumverbindung behandelt. Beispiele für eine solche Organosiliciumverbindung sind nachstehend aufgeführt.

[0087] Hexamethyldisilazan, Trimethylsilan, Trimethylchlorsilan, Trimethylethoxysilan, Dimethyldichlorsilan, Methyltrichlorsilan, Allyldimethylchlorsilan, Allylphenyldichlorsilan und Benzyldimethylchlorsilan.

[0088] Weitere Beispiele beinhalten Brommethyldimethylchlorsilan, α-Chlorethyltrichlorsilan, β-Chlorethyltrichlorsilan, Chlormethyldimethylchlorsilan, Triorganosilylmercaptan, Trimethylsilylmercaptan und Triorganosilylacrylat.

[0089] Ferner beinhalten weitere Beispiele Vinyldimethylacetoxysilan, Dimethylethoxysilan, Dimethyldimethoxysilan, Diphenyldiethoxysilan und 1-Hexamethyldisiloxan.

[0090] Andere Beispiele beinhalten 1,3-Divinyltetramethyldisiloxan, 1,3-Diphenyltetramethyldisiloxan und Dimethylpolysiloxane mit von 2 bis 12 Siloxaneinheiten pro Molekül und mit einer Hydroxylgruppe pro Si in der terminalen Einheit. Diese werden allein oder als Mischung von zwei oder mehr verwendet.

[0091] Bei dem mit Silikonöl behandelten Siliciumdioxid hat ein bevorzugtes Silikonöl bei 25°C eine Viskosität von 30 mm^2/s bis 1000 mm^2/s.

[0092] Beispiele beinhalten Dimethylsiliconöl, Methylphenylsiliconöl, α-Methylstyrol-modifiziertes Siliconöl, Chlorphenylsiliconöl und Fluormodifiziertes Siliconöl.

[0093] Die folgenden Verfahren können für die Behandlung mit Silikonöl verwendet werden.

[0094] Ein Verfahren, bei dem mit einem Silan-Kopplungsmittel behandeltes Siliciumdioxid und Siliconöl direkt mit einem Mischer, wie etwa einem Henschel-Mischer, gemischt werden.

[0095] Ein Verfahren zum Aufsprühen von Silikonöl auf Siliciumdioxid als Basis. Alternativ ein Verfahren zum Lösen oder Dispergieren eines Silikonöls in einem geeigneten Lösungsmittel, dann Zugabe von Siliciumdioxid, Mischen und Entfernen des Lösungsmittels.

[0096] Das mit Silikonöl behandelte Siliciumdioxid wird nach der Behandlung mit dem Silikonöl zur Stabilisierung der Oberflächenbeschichtung bevorzugt in einem Inertgas auf eine Temperatur von 200°C oder mehr (bevorzugt 250°C oder mehr) erhitzt.

[0097] Ein bevorzugtes Silan-Kopplungsmittel ist Hexamethyldisilazan (HMDS).

[0098] Um die Leistung des Toners zu verbessern, kann der Toner noch weitere externe Additive enthalten.

[0099] Ein bevorzugtes Herstellungsverfahren für die Zugabe der Feinteilchen A, der Feinteilchen B und der Feinteilchen C wird im Folgenden beschrieben.

[0100] Um eine Struktur zu schaffen, in der die Feinteilchen B in die Oberfläche des Tonerteilchens eingebettet sind, während ein Einbetten der Feinteilchen A verhindert wird, ist es bevorzugt, den Schritt der Zugabe der Feinteilchen B und der Feinteilchen A in zwei Schritte zu unterteilen. Das heißt, es ist bevorzugt, einen Schritt

der Zugabe der Feinteilchen B zu dem Tonerteilchen und einen Schritt der Zugabe der Feinteilchen A (und optional der Feinteilchen C) zu dem Tonerteilchen, dem die Feinteilchen B zugegeben wurden, einzuschließen.

[0101] In den Schritten der Zugabe der Feinteilchen B und der Feinteilchen A zu den Tonerteilchen können die Feinteilchen als externe Additive durch ein Trockenverfahren zugegeben werden, durch ein Nassverfahren zugegeben werden oder jedes Verfahren kann in zwei Schritten verwendet werden. Insbesondere unter dem Gesichtspunkt der Steuerbarkeit des Anwesenheitsstatus der Feinteilchen B und der Feinteilchen A ist es bevorzugt, ein zweistufiges externes Zugabeverfahren zu verwenden.

[0102] Um die Feinteilchen B in die Oberfläche des Tonerteilchens einzubetten, ist es bevorzugt, im externen Zugabeschritt (dem Schritt des Mischens der Feinteilchen B mit dem Tonerteilchen) ein externes Zugabegerät zu erwärmen und die Feinteilchen B durch Wärme einzubetten. Durch eine mechanische Einschlagkraft können die Feinteilchen B in die Oberfläche der Tonerteilchen eingebettet werden, die durch Wärme leicht erweicht sind. Ferner kann ein Verfahren verwendet werden, bei dem die Tonerteilchen und die Feinteilchen B im externen Zugabeschritt gemischt werden und dann ein Erwärmungsschritt im gleichen Gerät oder einem anderen Gerät durchgeführt wird, um die Feinteilchen B einzubetten.

[0103] Um die Einbettung der Feinteilchen B zu erreichen, ist es bevorzugt, die Temperatur des externen Zugabeschritts nahe der Glasübergangstemperatur Tg der Tonerteilchen einzustellen.

[0104] Eine Temperatur T_B im externen Zugabeschritt der Feinteilchen B beträgt bevorzugt Tg - 10°C ≤ T_B ≤ Tg + 5°C, wobei Tg die Glasübergangstemperatur des Tonerteilchens ist.

[0105] Darüber hinaus beträgt die Glasübergangstemperatur Tg des Tonerteilchens unter dem Gesichtspunkt der Lagerstabilität bevorzugt von 40°C bis 70°C und stärker bevorzugt von 50°C bis 65°C.

[0106] Als Gerät für die externe Zugabe der Feinteilchen B ist die Verwendung eines Geräts mit einer Mischfunktion und einer Funktion zur Erzeugung einer mechanischen Einschlagkraft bevorzugt, und es kann ein bekanntes Mischverarbeitungsgerät verwendet werden. Durch Verwendung eines bekannten Mischers, wie etwa von einem FM-MIXER (hergestellt von Nippon Coke Industry Co., Ltd.), einem SUPER-MIXER (hergestellt von Kawata Mfg. Co., Ltd.), einem HYBRIDIZER (hergestellt von Nara Machinery Co., Ltd.) oder dergleichen und durch Erwärmen können die Feinteilchen B in die Tonerteilchen eingebettet werden.

[0107] Der Dispersionsgradbewertungsindex der Feinteilchen B auf der Toneroberfläche beträgt bevorzugt 0,4 oder weniger, und stärker bevorzugt 0,3 oder weniger. Die Untergrenze ist nicht besonders begrenzt, beträgt aber bevorzugt 0,0 oder mehr. Innerhalb des oben genannten Bereichs fungieren die Feinteilchen B effektiv als Ladungsleckagestellen. Es ist bevorzugt, die externen Zugabebedingungen so einzustellen, dass die Dispergierbarkeit der Feinteilchen B verbessert wird.

[0108] Das nachstehend beschriebene Verfahren ist ein bevorzugtes Verfahren zur Zugabe der Feinteilchen A zu dem Tonerteilchen, in dem die Feinteilchen B eingebettet sind. Es ist wichtig, dass die meisten der Feinteilchen A nicht in das Tonerteilchen eingebettet sind. Um eine solche Struktur zu erreichen, kann das gleiche Gerät wie bei der externen Zugabe der Feinteilchen B verwendet werden.

[0109] Bei der externen Zugabe der Feinteilchen A ist es nicht notwendig, den Mischer zu erwärmen, und die Temperatur T_A im externen Zugabeschritt der Feinteilchen A erfüllt bevorzugt die Bedingung von T_A ≤ Tg - 15°C in Bezug auf die Glasübergangstemperatur Tg des Toners.

[0110] Als nächstes wird ein bevorzugtes Verfahren zur Zugabe der Feinteilchen C zum Tonerteilchen beschrieben, in dem die Feinteilchen B eingebettet sind. Die Feinteilchen C werden bevorzugt in einem trockenen externen Zugabeschritt zugegeben, wobei die gleiche Apparatur wie bei der externen Zugabe der Feinteilchen B verwendet werden kann.

[0111] Bei der externen Zugabe der Feinteilchen C ist ein Erwärmen des Mischers nicht erforderlich, und die Temperatur Tc im externen Zugabeschritt der Feinteilchen C erfüllt bevorzugt die Bedingung Tc ≤ Tg - 15°C in Bezug auf die Glasübergangstemperatur Tg des Toners. Der Zeitpunkt der Zugabe der Feinteilchen C kann so gewählt werden, dass die Feinteilchen A und die Feinteilchen C gleichzeitig extern den Tonerteilchen, in die die Feinteilchen B eingebettet wurden, zugegeben werden, oder so, dass die Feinteilchen C extern zugegeben werden, nachdem die Feinteilchen A dem Tonerteilchen, in das die Feinteilchen B eingebettet wurden, zugegeben wurden.

[0112] Das Verfahren zur Herstellung des Tonerteilchens wird erläutert. Das Tonerteilchenherstellungsverfahren ist nicht besonders begrenzt, und es kann ein bekanntes Verfahren verwendet werden, wie etwa ein Knetpulverisierungsverfahren oder ein Nassherstellungsverfahren. Ein Nassverfahren ist bevorzugt, um einen gleichmäßigen Teilchendurchmesser zu erhalten und die Teilchenform zu steuern. Beispiele für Nassherstellungsverfahren beinhalten Suspensionspolymerisationsverfahren, Lösungssuspensionsverfahren, Emulsionspolymerisationsaggregationsverfahren, Emulsionsaggregationsverfahren und dergleichen, und ein Emulsionsaggregationsverfahren kann bevorzugt verwendet werden.

[0113] Bei Emulsionsaggregationsverfahren werden ein Feinteilchen eines Bindemittelharzes und bei Bedarf ein Feinteilchen eines anderen Materials, wie etwa eines Färbemittels, in einem wässrigen Medium, das einen Dispersionsstabilisator enthält, dispergiert und gemischt. Diesem wässrigen Medium kann auch ein Tensid zugesetzt werden. Dann wird ein Flockungsmittel zugegeben, um die Mischung zu aggregieren, bis die gewünschte Tonerteilchengröße erreicht ist, und die Harzfeinteilchen werden entweder nach oder während der Aggregation auch miteinander schmelzangehaftet. Bei diesem Verfahren kann bei Bedarf auch eine Formsteuerung mit Wärme durchgeführt werden, um ein Tonerteilchen zu bilden.

[0114] Das Feinteilchen des Bindemittelharzes kann hierbei ein Verbundstoffteilchen sein, das als mehrschichtiges Teilchen gebildet ist, das zwei oder mehr Schichten zusammengesetzt aus verschiedenen Harzen umfasst. Dies kann zum Beispiel durch ein Emulsionspolymerisationsverfahren, Mini-Emulsionspolymerisationsverfahren, Phaseninversionsemulsionsverfahren oder dergleichen oder durch eine Kombination mehrerer Herstellungsverfahren hergestellt werden.

[0115] Wenn das Tonerteilchen ein externes Additiv enthält, kann das externe Additiv im Harzfeinteilchen beinhaltet sein. Eine flüssige Dispersion eines internen Additivfeinteilchens, die nur aus dem internen Additiv besteht, kann auch separat hergestellt werden, und das interne Additivfeinteilchen kann dann bei der Aggregation zusammen mit dem Harzfeinteilchen aggregiert werden. Harzfeinteilchen mit unterschiedlichen Zusammensetzungen können auch zu unterschiedlichen Zeiten während der Aggregation zugegeben und aggregiert werden, um ein Tonerteilchen herzustellen, das aus Schichten mit unterschiedlichen Zusammensetzungen zusammengesetzt ist.

[0116] Das Folgende kann als Dispersionsstabilisator verwendet werden:

anorganische Dispersionsstabilisatoren, wie etwa Tricalciumphosphat, Magnesiumphosphat, Zinkphosphat, Aluminiumphosphat, Calciumcarbonat, Magnesiumcarbonat, Calciumhydroxid, Magnesiumhydroxid, Aluminiumhydroxid, Calciummetasilikat, Calciumsulfat, Bariumsulfat, Bentonit, Siliciumdioxid und Aluminiumoxid.

Andere Beispiele beinhalten organische Dispersionsstabilisatoren, wie etwa Polyvinylalkohol, Gelatine, Methylcellulose, Methylhydroxypropylcellulose, Ethylcellulose, Carboxymethylcellulose-Natriumsalz und Stärke.

[0117] Als Tensid kann ein bekanntes kationisches Tensid, anionisches Tensid oder nichtionisches Tensid verwendet werden.

[0118] Spezifische Beispiele für kationische Tenside beinhalten Dodecylammoniumbromid, Dodecyltrimethylammoniumbromid, Dodecylpyridiniumchlorid, Dodecylpyridiniumbromid, Hexadecyltrimethylammoniumbromid und dergleichen.

[0119] Spezifische Beispiele für nichtionische Tenside beinhalten Dodecylpolyoxyethylenether, Hexadecylpolyoxyethylenether, Nonylphenylpolyoxyethylenether, Laurylpolyoxyethylenether, Sorbitanmonooleat-Polyoxyethylenether, Styrylphenylpolyoxyethylenether, Monodecanoyl-Sucrose und dergleichen.

[0120] Spezifische Beispiele für anionische Tenside beinhalten aliphatische Seifen, wie etwa Natriumstearat und Natriumlaurat, und Natriumlaurylsulfat, Natriumdodecylbenzolsulfonat, Natriumpolyoxyethylen-(2)-laurylethersulfat und dergleichen.

[0121] Das den Toner konstituierende Bindemittelharz wird im Folgenden erläutert.

[0122] Bevorzugte Beispiele für das Bindemittelharz beinhalten Vinylharze, Polyesterharze und dergleichen. Beispiele für Vinylharze, Polyesterharze und andere Bindemittelharze beinhalten die folgenden Harze und Polymere:

Monopolymere von Styrolen und substituierten Styrolen, wie etwa Polystyrol und Polyvinyltoluol; Styrol-Copolymere, wie etwa Styrol-Propylen-Copolymer, Styrol-Vinyltoluol-Copolymer, Styrol-Vinylnaphthalin-Copolymer, Styrol-Methylacrylat-Copolymer, Styrol-Ethylacrylat-Copolymer, Styrol-Butylacrylat-Copolymer, Styrol-Octylacrylat-Copolymer, Styrol-Dimethylaminoethylacrylat-Copolymer, Styrol-Methylmethacrylat-Copolymer, Styrol-Ethylmethacrylat-Copolymer, Styrol-Butylmethacrylat-Copolymer, Styrol-Dimethylaminoethylmethacrylat-Copolymer, Styrol-Vinylmethylether-Copolymer, Styrol-Vinylethylether-Copolymer, Styrol-Vinylmethylketon-Copolymer, StyrolButadien-Copolymer, Styrol-Isopren-Copolymer, Styrol-Maleinsäure-Copolymer und Styrol-Maleinsäureester-Copolymer; und Polymethylmethacrylat, Polybutylmethacrylat, Polvinylacetat, Polyethylen, Polypropylen, Polvinylbutyral, Silikonharz, Polyamidharz, Epoxidharz, Polyacrylharz, Kolophonium, modifiziertes Kolophonium, Terpenharz, Phenolharz, aliphatische oder alicyclische Kohlenwasserstoffharze und aromatische Petroleumharze.

[0123] Diese Bindemittelharze können einzeln oder gemischt verwendet werden.

[0124] Beispiele für die polymerisierbaren Monomere, die bei der Herstellung von Vinylharzen verwendet werden können, beinhalten Styrolmonomere, wie etwa Styrol, α-Methylstyrol und dergleichen; Acrylester, wie etwa Methylacrylat, Butylacrylat und dergleichen; Methacrylsäureester, wie etwa Methylmethacrylat, 2-Hydroxyethylacrylat, t-Butylmethacrylat, 2-Ethylhexylmethacrylat und dergleichen; ungesättigte Carbonsäuren, wie etwa Acrylsäure, Methacrylsäure und dergleichen; ungesättigte Dicarbonsäuren, wie etwa Maleinsäure und dergleichen; ungesättigte Dicarbonsäureanhydride, wie etwa Maleinsäureanhydrid und dergleichen; Nitrilvinylmonomere, wie etwa Acrylnitril und dergleichen; halogenhaltige Vinylmonomere, wie etwa Vinylchlorid und dergleichen; und Nitrovinylmonomere, wie etwa Nitrostyrol und dergleichen.

[0125] Das Bindemittelharz enthält bevorzugt Carboxylgruppen und ist bevorzugt ein Harz, das unter Verwendung eines polymerisierbaren Monomers, das eine Carboxylgruppe enthält, hergestellt wird. Das polymerisierbare Monomer, das eine Carboxylgruppe enthält, beinhaltet beispielsweise Vinylcarbonsäuren, wie etwa Acrylsäure, Methacrylsäure, α-Ethylacrylsäure und Crotonsäure; ungesättigte Dicarbonsäuren, wie etwa Fumarsäure, Maleinsäure, Citraconsäure und Itaconsäure; und ungesättigte Dicarbonsäuremonoester-Derivate, wie etwa Monoacryloyloxyethylbernsteinsäureester, Monomethacryloyloxyethylbernsteinsäureester, Monoacryloyloxyethylphthalatester und Monomethacryloyloxyethylphthalatester.

[0126] Als Polyesterharz können Polykondensate der unten aufgeführten Carbonsäurekomponenten und Alkoholkomponenten verwendet werden. Beispiele für Carbonsäurekomponenten beinhalten Terephthalsäure, Isophthalsäure, Phthalsäure, Fumarsäure, Maleinsäure, Cyclohexandicarbonsäure und Trimellithsäure. Beispiele für Alkoholkomponenten beinhalten Bisphenol A, hydrierte Bisphenole, Bisphenol A-Ethylenoxidaddukt, Bisphenol A-Propylenoxidaddukt, Glycerin, Trimethyloylpropan und Pentaerythrit.

[0127] Das Polyesterharz kann auch ein Polyesterharz sein, das eine Harnstoffgruppe enthält. Bevorzugt sind die terminalen und anderen Carboxylgruppen der Polyesterharze nicht verkappt.

[0128] Zur Steuerung des Molekulargewichts des den Toner konstituierenden Bindemittelharzes kann während der Polymerisation der polymerisierbaren Monomere auch ein Vernetzungsmittel zugegeben werden.

[0129] Beispiele beinhalten Ethylenglykoldimethacrylat, Ethylenglykoldiacrylat, Diethylenglykoldimethacrylat, Diethylenglykoldiacrylat, Triethylenglykoldimethacrylat, Triethylenglykoldiacrylat, Neopentylglykoldimethacrylat, Neopentylglykoldiacrylat, Divinylbenzol, Bis(4-acryloxypolyethoxyphenyl)propan, Ethylenglykoldiacrylat, 1,3-Butylenglykoldiacrylat, 1,4-Butandioldiacrylat, 1,5-Pentandioldiacrylat, 1,6-Hexandioldiacrylat, Neopentylglykoldiacrylat, Diethylenglykoldiacrylat, Triethylenglykoldiacrylat, Tetraethylenglykoldiacrylat, Diacrylate von Polyethylenglykol #200, #400 und #600, Dipropylenglykoldiacrylat, Polypropylenglykoldiacrylat, Polyesterdiacrylat (MANDA, Nippon Kayaku Co., Ltd.), und diese mit Methacrylat ausgetauscht für das Acrylat.

[0130] Die Zugabemenge des Vernetzungsmittels beträgt bevorzugt von 0,001 Massenteile bis 15,000 Massenteile pro 100 Massenteile der polymerisierbaren Monomere.

[0131] Das Tonerteilchen beinhaltet bevorzugt ein Trennmittel. Bevorzugt enthalten die Tonerteilchen ein Esterwachs mit einem Schmelzpunkt von 60°C bis 90°C (stärker bevorzugt von 60°C bis 80°C). Ein solches Wachs ist hervorragend mit dem Bindemittelharz kompatibel, so dass ein Plastifizierungseffekt leicht erhalten werden kann und die Feinteilchen B effizient in die Oberfläche der Tonerteilchen eingebettet werden können.

[0132] Beispiele für Esterwachse beinhalten Wachse, die hauptsächlich aus Fettsäureestern bestehen, wie etwa Carnaubawachs und Montansäureesterwachs; Fettsäureester, bei denen die Säurekomponente teilweise oder vollständig entsäuert wurde, wie etwa entsäuertes Carnaubawachs; hydroxylgruppenhaltige Methylesterverbindungen, die durch Hydrierung oder dergleichens von pflanzlichen Ölen und Fetten gewonnen werden; gesättigte Fettsäuremonoester, wie etwa Stearylstearat und Behenylbehenat; diesterifizierte Produkte gesättigter aliphatischer Dicarbonsäuren und gesättigter Fettalkohole, wie etwa Dibehenylsebacat, Distearyldodecandioat und Distearyloctadecandioat; und diesterifizierte Produkte gesättigter aliphatischer Diole und gesättigter aliphatischer Monocarbonsäuren, wie etwa Nonandioldibehenat und Dodecandioldistearat.

[0133] Von diesen Wachsen ist es erwünscht, das ein bifunktionelles Esterwachs (Diester) mit zwei Esterbindungen in der Molekülstruktur beinhaltet ist.

[0134] Ein bifunktionelles Esterwachs ist eine Esterverbindung aus einem zweiwertigen Alkohol und einer aliphatischen Monocarbonsäure oder eine Esterverbindung aus einer zweiwertigen Carbonsäure und einem Fettmonoalkohol.

[0135] Konkrete Beispiele für die aliphatische Monocarbonsäure beinhalten Myristinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, Arachidinsäure, Behensäure, Lignocerinsäure, Cerotinsäure, Montansäure, Melissinsäure, Ölsäure, Vaccensäure, Linolsäure und Linolensäure.

[0136] Konkrete Beispiele für den Fettmonoalkohol beinhalten Myristylalkohol, Cetanol, Stearylalkohol, Arachidylalkohol, Behenylalkohol, Tetracosanol, Hexacosanol, Octacosanol und Triacontanol.

[0137] Konkrete Beispiele für die zweiwertige Carbonsäure beinhalten Butandisäure (Bernsteinsäure), Pentandisäure (Glutarsäure), Hexandisäure (Adipinsäure), Heptandisäure (Pimelinsäure), Octandisäure (Suberinsäure), Nonandisäure (Azelainsäure), Dekandisäure (Sebacinsäure), Dodecandisäure, Tridecaendisäure, Tetradecandisäure, Hexadecandisäure, Octadecandisäure, Eicosandisäure, Phthalsäure, Isophthalsäure, Terephthalsäure und dergleichen.

[0138] Konkrete Beispiele für den zweiwertigen Alkohol beinhalten Ethylenglykol, Propylenglykol, 1,3-Propandiol, 1,4-Butandiol, 1,5-Pentandiol, 1,6-Hexandiol, 1,10-Decandiol, 1,12-Dodecandiol, 1,14-Tetradecandiol, 1,16-Hexadecandiol, 1,18-Octadecandiol, 1,20-Eicosandiol, 1,30-Triacontandiol, Diethylenglykol, Dipropylenglykol, 2,2,4-Trimethyl-1,3-pentandiol, Neopentylglykol, 1,4-Cyclohexandimethanol, Spiroglykol, 1,4-Phenylenglykol, Bisphenol A, hydriertes Bisphenol A und dergleichen.

[0139] Andere verwendbare Trennmittel beinhalten Erdölwachse und ihre Derivate, wie etwa Paraffinwachs, mikrokristallines Wachs und Petrolatum, Montanwachs und seine Derivate, nach dem Fischer-Tropsch-Verfahren gewonnene Kohlenwasserstoffwachse und ihre Derivate, Polyolefinwachse, wie etwa Polyethylen und Polypropylen und ihre Derivate, natürliche Wachse, wie etwa Carnaubawachs und Candelillawachs und ihre Derivate, höhere Fettalkohole und Fettsäuren, wie etwa Stearinsäure und Palmitinsäure.

[0140] Der Gehalt des Trennmittels beträgt bevorzugt von 5,0 Massenteilen bis 20,0 Massenteilen pro 100, 0 Massenteile des Bindemittelharzes.

[0141] Im Toner kann auch ein Färbemittel beinhaltet sein. Das Färbemittel ist nicht spezifisch begrenzt, und die folgenden bekannten Färbemittel können verwendet werden.

[0142] Beispiele für gelbe Pigmente beinhalten Eisenoxidgelb, Neapelgelb, Naphtholgelb S, Hansagelb G, Hansagelb 10G, Benzidingelb G, Benzidingelb GR, Chinolingelblack, Permanentgelb NCG, kondensierte Azoverbindungen, wie etwa Tartrazinlack, Isoindolinonverbindungen, Anthrachinonverbindungen, Azometallkomplexe, Methinverbindungen und Allylamidverbindungen. Spezifische Beispiele beinhalten:

C.I. Pigment Yellow 12, 13, 14, 15, 17, 62, 74, 83, 93, 94, 95, 109, 110, 111, 128, 129, 147, 155, 168 und 180.

[0143] Beispiele für rote Pigmente beinhalten rotes Eisenoxid, Permanentrot 4R, Litholrot, Pyrazolonrot, Watching Red Calciumsalz, Lackrot C, Lackrot D, Brillantkarmin 6B, Brillantkarmin 3B, Eosinlack, Rhodaminlack B, kondensierte Azoverbindungen, wie etwa Alizarinlack, Diketopyrrolopyrrolverbindungen, Anthrachinonverbindungen, Chinacridonverbindungen, basische Farbstofflack-Verbindungen, Naphtholverbindungen, Benzimidazolonverbindungen, Thioindigoverbindung und Perylenverbindungen. Spezifische Beispiele beinhalten:

C.I. Pigment Red 2, 3, 5, 6, 7, 23, 48:2, 48:3, 48:4, 57:1, 81:1, 122, 144, 146, 166, 169, 177, 184, 185, 202, 206, 220, 221 und 254.

[0144] Beispiele für blaue Pigmente beinhalten Alkaliblaulack, Victoriablaulack, Phthalocyaninblau, metallfreies Phthalocyaninblau, Phthalocyaninblau mit partiellem Chlorid, Fast-Sky-Blau, Kupferphthalocyaninverbindungen, wie etwa Indathrenblau BG und Derivate davon, Anthrachinonverbindungen und basische Farbstofflackverbindungen. Spezifische Beispiele beinhalten:

C.I. Pigment Blue 1, 7, 15, 15:1, 15:2, 15:3, 15:4, 60, 62 und 66.

[0145] Beispiele für schwarze Pigmente beinhalten Carbon Black und Anilinschwarz. Diese Färbemittel können einzeln, als Mischung oder in fester Lösung verwendet werden.

[0146] Der Gehalt des Färbemittels beträgt bevorzugt von 3,0 Massenteilen bis 15,0 Massenteilen pro 100, 0 Massenteile des Bindemittelharzes.

[0147] Das Tonerteilchen kann auch ein Ladungssteuerungsmittel beinhalten. Ein bekanntes Ladungssteuerungsmittel kann verwendet werden. Besonders wünschenswert ist ein Ladungssteuerungsmittel, das für eine schnelle Ladegeschwindigkeit sorgt und eine gleichmäßige Ladungsmenge stabil aufrechterhalten kann.

[0148] Beispiele für Ladungssteuerungsmittel zur Steuerung der negativen Ladungseigenschaften des Tonerteilchens beinhalten:

organische Metallverbindungen und Chelatverbindungen, beinhaltend Monoazo-Metallverbindungen, Acetylaceton-Metallverbindungen, aromatische Oxycarbonsäuren, aromatische Dicarbonsäuren und Metallverbindungen von Oxycarbonsäuren und Dicarbonsäuren. Andere Beispiele beinhalten aromatische Oxycarbonsäuren, aromatische Mono- und Polycarbonsäuren und ihre Metallsalze, Anhydride und Ester, und Phenolderivate, wie etwa Bisphenole und dergleichen. Andere Beispiele beinhalten Harnstoffderivate, metallhaltige Salicylsäureverbindungen, metallhaltige Naphthoesäureverbindungen, Borverbindungen, quaternäre Ammoniumsalze und Calixarene.

[0149] Unterdessen beinhalten Beispiele für Ladungssteuerungsmittel zur Steuerung der positiven Ladungseigenschaften des Tonerteilchens Nigrosin und mit Fettsäuremetallsalzen modifiziertes Nigrosin; Guanidinverbindungen; Imidazolverbindungen; quartäre Ammoniumsalze, wie etwa Tributylbenzylammonium-1-hydroxy-4-naphthosulfonatsalz und Tetrabutylammoniumtetrafluoroborat, Oniumsalze, wie etwa Phosphoniumsalze, die Analoga davon sind, und Lackpigmente davon; Triphenylmethanfarbstoffe und Lackpigmente davon (unter Verwendung von Phosphowolframsäure, Phosphomolybdänsäure, Phosphowolfram-Molybdänsäure, Gerbsäure, Laurinsäure, Gallussäure, Ferricyansäure oder einer Ferrocyanverbindung oder dergleichen als Verlackungsmittel); Metallsalze höherer Fettsäuren; und Harzladungssteuerungsmittel.

[0150] Eines dieser Ladungssteuerungsmittel kann allein oder eine Kombination von zwei oder mehr verwendet werden. Die Zugabemenge dieser Ladungssteuerungsmittel beträgt bevorzugt von 0,01 Massenteile bis 10,00 Massenteile pro 100,00 Massenteile der polymerisierbaren Monomere.

[0151] Im Folgenden werden Verfahren zur Messung verschiedener physikalischer Eigenschaften beschrieben.

Messung des mittleren Durchmessers und des Spannwerts von Feinteilchen A

[0152] Der volumenbasierte mittlere Durchmesser des Fettsäuremetallsalzes wird gemäß JIS Z 8825-1 (2001) gemessen und lautet im Einzelnen wie folgt.

[0153] Als Messgerät wird ein Laserbeugungs-/Streuungs-Teilchengrößenverteilungsmessgerät vom Typ „LA-920“ (hergestellt von Horiba, Ltd.) verwendet. Die Einstellung der Messbedingungen und die Analyse der Messdaten werden mit der speziellen Software „HORIBA LA-920 for Windows® WET (LA-920) Ver. 2.02“ durchgeführt, die mit dem LA-920 geliefert wird. Zusätzlich wird als Messlösungsmittel ionenausgetauschtes Wasser verwendet, aus dem Verunreinigungen, Feststoffe und dergleichen im Voraus entfernt wurden.

[0154] Das Messprozedere ist wie folgt.

(1) Ein Chargen-Typ Zellenhalter wird am LA-920 angebracht.

(2) Eine bestimmte Menge an ionenausgetauschtem Wasser wird in eine Chargen-Typ Zelle gegeben, und die Chargen-Typ Zelle wird in den Chargen-Typ Zellenhalter gesetzt.

(3) Das Innere der Chargen-Typ Zelle wird mit einer bestimmungsgemäßen Rührerspitze gerührt.

(4) Die Schaltfläche „REFRACTIVE INDEX“ auf dem Bildschirm „DISPLAY CONDITION SETTING“ wird gedrückt und die Datei „110A000I“ (relativer Brechungsindex 1.10) wird ausgewählt.

(5) Auf dem Bildschirm „DISPLAY CONDITION SETTING“ wird der Teilchendurchmesser auf Volumenbasis eingestellt.

(6) Nach einer Aufwärmzeit von 1 Stunde oder länger werden die Einstellung der optischen Achsen, die Feineinstellung der optischen Achsen und die Blindmessung durchgeführt.

(7) Etwa 60 mL ionenausgetauschtes Wasser werden in ein 100-mL-Flachbodenbecherglas gegeben. Als Dispergiermittel werden etwa 0,3 mL einer verdünnten Lösung zugegeben, die durch etwa dreifache Massenverdünnung von „CONTAMINON N“ (eine 10%ige wässrige Lösung eines neutralen Reinigungsmittels zur Reinigung von Präzisionsmessinstrumenten; die einen pH-Wert von 7 hat und ein nichtionisches Tensid, ein anionisches Tensid und einen organischen Builder enthält, hergestellt von Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) mit ionenausgetauschtem Wasser hergestellt wurde.

(8) Ein Ultraschalldispergierer „Ultrasonic Dispersion System Tetora 150“ (hergestellt von Nikkaki Bios Inc.), der eine elektrische Leistung von 120 W hat und in dem zwei Oszillatoren mit einer Schwingungsfrequenz von 50 kHz mit einer Phasendifferenz von 180 Grad eingebaut sind, wird vorbereitet. Etwa 3, 3 l ionenausgetauschtes Wasser werden in den Wassertank des Ultraschalldispergierers gegeben, und etwa 2 mL CONTAMINON N werden in den Wassertank gegeben.

(9) Das Becherglas von (7) wird in die Becherglasbefestigungsöffnung des Ultraschalldispergierers eingesetzt und der Ultraschalldispergierer betätigt. Dann wird die Höhenposition des Becherglases so eingestellt, dass der Resonanzzustand der Flüssigkeitsoberfläche der wässrigen Lösung im Becherglas maximiert ist.

(10) Während die wässrige Lösung im Becherglas von (9) mit Ultraschallwellen bestrahlt wird, wird der wässrigen Lösung im Becherglas von (9) nach und nach etwa 1 mg des Fettsäuremetallsalzes zugegeben und dispergiert. Dann wird die Ultraschalldispergierung für weitere 60 Sekunden fortgesetzt. In diesem Fall schwimmt das Fettsäuremetallsalz manchmal als Klumpen auf der Flüssigkeitsoberfläche. In diesem Fall wird der Klumpen durch Schwenken eines Bechers in Wasser eingetaucht, und dann wird die Ultraschalldispersion 60 Sekunden lang durchgeführt. Bei der Ultraschalldispersion wird die Wassertemperatur des Wassertanks je nach Bedarf auf 10°C bis 40°C eingestellt.

(11) Die wässrige Lösung, die in (10) angefertigt wurde und in der das Fettsäuremetallsalz dispergiert ist, wird sofort nach und nach in die Chargen-Typ Zelle zugegeben, wobei darauf geachtet wird, dass keine Luftblasen eingeführt werden, und die Transmission der Wolframlampe wird so eingestellt, dass sie 90% bis 95% beträgt. Dann wird die Teilchengrößenverteilung gemessen. Auf der Grundlage der erhaltenen volumenbasierten Teilchengrößenverteilungsdaten werden ein 5% integrierter Durchmesser, ein 50% integrierter Durchmesser und ein 95% integrierter Durchmesser von der Seite mit kleinem Teilchendurchmesser berechnet.

[0155] Die erhaltenen Werte werden mit D5s, D50s und D95s bezeichnet, und der Spannwert wird aus diesen Werten bestimmt.

Verfahren zur Messung der wahren Dichte von Tonerteilchen

[0156] Bei der Messung der wahren Dichte von Tonerteilchen in einem Toner, bei dem den Tonerteilchen von außen ein externes Additiv zugegeben wurde, wird das externe Additiv entfernt. Das spezifische Verfahren wird im Folgenden beschrieben.

[0157] Insgesamt 160 g Saccharose (hergestellt von Kishida Chemical) werden zu 100 mL ionenausgetauschtem Wasser hinzugegeben und in einem Wasserbad gelöst, um eine konzentrierte Saccharoselösung herzustellen. Insgesamt 31 g der konzentrierten Saccharoselösung und 6 mL CONTAMINON N werden zur Zentrifugenrohr gegeben, um eine Dispersionsflüssigkeit herzustellen. Insgesamt 1 g des Toners wird der Dispersionsflüssigkeit zugesetzt, und die Klumpen des Toners werden mit einem Spatel oder dergleichen gelöst.

[0158] Das Zentrifugenrohr wird 20 Minuten lang auf einem Schüttler („KM Shaker“, hergestellt von Iwaki Sangyo Co., Ltd.) bei einer Bedingung von 350 Hüben pro Minute geschüttelt. Nach dem Schütteln wird die Lösung in ein Glasrohr (50 mL) für einen Schwenkrotor überführt und unter Bedingungen von 3500 U/min und 30 min in einer Zentrifuge (H-9R; hergestellt von Kokusan Co., Ltd.) zentrifugiert. In dem Glasrohr befinden sich nach der Zentrifugation Tonerteilchen in der obersten Schicht und ein externes Additiv in der unteren Schicht auf der Seite der wässrigen Lösung, so dass nur die Tonerteilchen in der obersten Schicht gesammelt werden.

[0159] Wenn die externen Additive nicht ausreichend entfernt wurden, wird die Zentrifugation bei Bedarf wiederholt, und nach ausreichender Trennung wird die Tonerflüssigkeit getrocknet, um Tonerteilchen zu sammeln.

[0160] Die wahre Dichte der Tonerteilchen wird mit einem trockenen automatischen Densitometer - Auto Pyknometer (hergestellt von Yuasa Ionics Co., Ltd.) gemessen. Die Bedingungen sind wie folgt.
Zelle: SM-Zelle (10 mL)
Probenmenge: etwa 2,0 g

[0161] Mit diesem Messverfahren wird die wahre Dichte von Feststoffen und Flüssigkeiten auf der Grundlage eines Gasphasenaustauschverfahrens gemessen. Ähnlich wie das Flüssigphasenersatzverfahren basiert es auf dem archimedischen Prinzip, aber da Gas (Argongas) als Ersatzmedium verwendet wird, ist die Genauigkeit für Mikroporen hoch.

Verfahren zur Messung des gewichtsgemittelten Teilchendurchmessers (D4)
und des zahlengemittelten Teilchendurchmessers (D1) von Tonerteilchen

[0162] Der gewichtsgemittelte Teilchendurchmesser (D4) und der zahlengemittelte Teilchendurchmesser (D1) des Tonerteilchens wird wie folgt berechnet. Ein Präzisionsteilchengrößenverteilungsanalysator „Multisizer (R) 3 Coulter Counter“ (Beckman Coulter, Inc.), der auf der Methode des elektrischen Porenwiderstands basiert und mit einem 100 µm langen Aperturrohr ausgestattet ist, wird zusammen mit der als Zubehör erhältlichen speziellen Software „Beckman Coulter Multisizer 3 Version 3.51“ (Beckman Coulter, Inc.) zum Einstellen der Messbedingungen und Analysieren der Messdaten verwendet, und die Messung und Analyse wird durchgeführt.

[0163] Die bei der Messung verwendete wässrige Elektrolytlösung kann eine Lösung von hochreinem Natriumchlorid sein, das in ionenausgetauschtem Wasser in einer Konzentration von etwa 1 Massen-% gelöst ist, wie etwa „ISOTON II“ (Beckman Coulter, Inc.).

[0164] Die folgenden Einstellungen werden vor der Messung und Analyse in der speziellen Software vorgenommen.

[0165] Auf dem Fenster „Change standard measurement method (SOM)“ der speziellen Software wird die Gesamtzahl der Zählungen im Kontrollmodus auf 50000 Teilchen, die Anzahl der Messungen auf 1 und der Kd-Wert auf einen Wert eingestellt, der mit „Standard Particles 10.0 µm“ erhalten wird (Beckman Coulter, Inc.). Der Schwellenlärmpegel wird automatisch durch Drücken der Taste „Threshold/noise level measurement“ eingestellt. Der Strom wird auf 1600 µA, die Verstärkung auf 2 und die Elektrolytlösung auf ISOTON II eingestellt, und es wird eine Häkchen für „Aperture tube flush after measurement“ gesetzt.

[0166] Auf dem Fenster „Conversion settings from pulse to particle diameter“ der speziellen Software wird das Bin-Intervall auf den logarithmischen Teilchendurchmesser, der Teilchendurchmesser-Bin auf 256 und der Teilchendurchmesserbereich auf 2 µm bis 60 µm eingestellt.

[0167] Die spezifischen Messverfahren sind wie folgt.

(1) Etwa 200 mL der wässrigen Elektrolytlösung werden in ein bestimmungsgemäßes 250 mL Rundbodenbecherglas des Multisizers 3 gegeben, das Becherglas wird auf den Probenständer gestellt und mit einem Rührstab gegen den Uhrzeigersinn mit einer Geschwindigkeit von 24 U/min gerührt. Kontaminationen und Blasen im Blendenrohr werden dann durch die Funktion „Aperture flush“ der speziellen Software entfernt.

(2) 30 mL derselben wässrigen Elektrolytlösung werden in ein 100-mL-Flachbodenbecherglas gegeben, und etwa 0,3 mL einer Verdünnung von „Contaminon N“ (eine 10-Massen-%ige wässrige Lösung eines pH-7-Neutraldetergenses zum Waschen von Präzisionsinstrumenten, das ein nichtionisches Tensid, ein

anionisches Tensid und einen organischen Builder enthält, hergestellt von Wako Pure Chemical Industries, Ltd.), 3-fach verdünnt mit Ionenaustauschwasser, werden hinzugegeben.

(3) Die vorgeschriebene Menge Ionenaustauscherwasser wird in den Wassertank eines Ultraschalldispergiergeräts „Ultrasonic Dispersion System Tetra150“ (Nikkaki Bios Co., Ltd.) mit einer elektrischen Leistung von 120 W gegeben, das mit zwei eingebauten Oszillatoren mit einer Schwingungsfrequenz von 50 kHz ausgestattet ist, deren Phasen um 180° voneinander verschoben sind, und etwa 2 mL Contaminon N werden in den Tank gegeben.

(4) Das Becherglas von (2) oben wird in die Becherglasbefestigungsöffnung des Ultraschalldispergierers eingesetzt und der Ultraschalldispergierer wird betätigt. Die Höhenposition des Becherglases wird so eingestellt, dass der Resonanzzustand der Flüssigkeitsoberfläche der wässrigen Elektrolytlösung im Becherglas maximiert ist.

(5) Die wässrige Elektrolytlösung im Becherglas von (4) oben wird dem Ultraschall ausgesetzt, indem der wässrigen Elektrolytlösung nach und nach etwa 10 mg Tonerteilchen hinzugefügt und dispergiert werden. Die Ultraschalldispersion wird dann für weitere 60 Sekunden fortgesetzt. Während der Ultraschalldispergierung wird die Wassertemperatur im Tank geeignet auf 10°C bis 40°C eingestellt.

(6) Die wässrige Elektrolytlösung von (5) oben mit den darin dispergierten Tonerteilchen wird mit einer Pipette in das Rundbodenbecherglas von (1) oben, das auf dem Probenständer steht, getropft und auf eine Messkonzentration von etwa 5% eingestellt. Die Messung wird dann durchgeführt, bis die Anzahl der gemessenen Teilchen 50000 erreicht.

(7) Die Messdaten werden mit der dem Gerät beiliegenden speziellen Software analysiert, und der gewichtsgemittelte Teilchendurchmesser (D4) und der zahlengemittelte Teilchendurchmesser (D1) werden berechnet. Der zahlengemittelte Teilchendurchmesser (D1) und der gewichtsgemittelte Teilchendurchmesser (D4) sind der „Arithmetic diameter“ im Fenster „Analysis/number statistic value (arithmetic mean)“ bzw. „Analysis/volume statistical value (arithmetic mean)“, wenn Graph/Number% oder Graph/Volume% in der speziellen Software eingestellt ist.

Verfahren zur Berechnung der durchschnittlichen theoretischen Oberfläche C pro Masseneinheit der Tonerteilchen

[0168] Nach Erhalt des zahlengemittelten Teilchendurchmessers (D1) wird die für die Messdatenanalyse bereitgestellte spezielle Software „Beckman Coulter Multisizer 3 Version 3.51“ (hergestellt von Beckman Coulter, Inc.) verwendet, um einen Bereich von 2,0 bis 32,0 µm in 12 Kanäle (2,000 bis 2,520 µm, 2,520 bis 3,175 µm, 3,175 bis 4,000 µm, 4,000 bis 5,040 µm, 5,040 bis 6,350 µm, 6,350 bis 8,000 µm, 8,000 bis 10,079 µm, 10, 079 bis 12,699 µm, 12,699 bis 16,000 µm, 16,000 bis 20,159 µm, 20,159 bis 25,398 µm und 25,398 bis 32, 000 µm), und das Zahlenverhältnis der Tonerteilchen in jedem Teilchendurchmesserbereich wird bestimmt.

[0169] Danach wird unter Verwendung des Medianwerts jedes Kanals (z. B. bei einem Kanal von 2.000 bis 2,520 µm beträgt der Medianwert 2,260 µm) die theoretische Oberfläche (= $4 \times \pi \times (\text{Medianwert von jedem Kanals})^2$) unter der Annahme ermittelt, dass das Tonerteilchen mit dem Medianwert jedes Kanals eine echte Kugel ist. Diese theoretische Oberfläche wird mit dem zuvor bestimmten Zahlenverhältnis der zu jedem Kanal gehörenden Teilchen multipliziert, um die durchschnittliche theoretische Oberfläche (a) eines Tonerteilchens unter der Annahme zu bestimmen, dass das gemessene Tonerteilchen eine echte Kugel ist.

[0170] Anschließend wird auf die gleiche Weise die theoretische Masse (= $4/3 \times \pi \times (\text{Medianwert von jedem Kanals})^3 \times$ wahre Dichte) unter der Annahme, dass das Tonerteilchen mit dem Medianwert jedes Kanals eine wahre Kugel ist, aus dem Medianwert jedes Kanals und der gemessenen wahren Dichte der Tonerteilchen ermittelt. Die durchschnittliche theoretische Masse (b) eines Tonerteilchens wird aus der theoretischen Masse und dem oben bestimmten Zahlenverhältnis der zu jedem Kanal gehörenden Teilchen bestimmt.

[0171] Daraus wird die durchschnittliche theoretische Oberfläche C (m^2/g) pro Masseneinheit des gemessenen Tonerteilchens aus der durchschnittlichen theoretischen Oberfläche und der durchschnittlichen theoretischen Masse eines Tonerteilchens berechnet.

Verfahren zur Messung des Bedeckungsverhältnisses von Feinteilchen A

[0172] Das Bedeckungsverhältnis der Feinteilchen A wird mit ESCA (Röntgen-Photoelektronenspektroskopie) gemessen (Quantum 2000, hergestellt von ULVAC-PHI).

[0173] Als Probenhalter dient eine 75 mm quadratische Platte (versehen mit einem Schraubenloch von etwa 1 mm Durchmesser zur Befestigung der Probe), die an der Vorrichtung befestigt ist. Da das Schraubenloch der Platte ein Durchgangsloch ist, wird das Loch mit einem Harz oder dergleichen verschlossen und ein konkaver Abschnitt zur Messung von Pulver mit einer Tiefe von etwa 0,5 mm vorbereitet. Eine Messprobe (Toner oder Feinteilchen A (Fettsäuremetallsalz) allein) wird mit einem Spatel oder dergleichen in den konkaven Teil gepackt, und eine Probe wird durch Schleifen angefertigt.

[0174] Die ESCA-Messbedingungen sind wie folgt.
Analysemethode: enge Analyse
Röntgenquelle: Al-Ka
Röntgenbedingungen: 100 μ, 25 W, 15 kV
Photoelektroneneinfangwinkel: 45°
Durchgangsenergie: 58,70 eV
Messbereich: ϕ100 μm

[0175] Zunächst wird der Toner gemessen. Zur Berechnung des quantitativen Wertes der in den Feinteilchen A enthaltenen Metallatome werden C 1s (B. E. 280 eV bis 295 eV), O 1s (B. E. 525 eV bis 540 eV), Si 2p (B. E. 95 eV bis 113 eV) und der Elementpeak des Metallatoms der Feinteilchen A verwendet. Der hier erhaltene quantitative Wert des Metallelements wird mit X1 bezeichnet.

[0176] Als nächstes wird auf die gleiche Weise die Elementaranalyse des Feinteilchens A allein durchgeführt, und der quantitative Wert des in dem hier erhaltenen Feinteilchen A enthaltenen Elements wird mit X2 bezeichnet.

[0177] Das Bedeckungsverhältnis ergibt sich aus der folgenden Formel unter Verwendung von X1 und X2.

$$\text{Bedeckungsverhältnis}(\%)\text{ der Feinteilchen A} = X1/X2 \times 100$$

Messung der Menge an Feinteilchen A und B im Toner

[0178] Die Feinteilchen A und B werden von den Bestandteilen des Toners getrennt, und ihre Menge wird mit dem folgenden Verfahren gemessen.

[0179] Insgesamt 1 g des Toners wird zu 31 g Chloroform, das sich in einem Fläschchen befindet, hinzugefügt und darin dispergiert. Die Dispersion wird unter Verwendung eines Ultraschall-Homogenisierers für 30 min durchgeführt, um eine Dispersionsflüssigkeit herzustellen. Die Behandlungsbedingungen sind wie folgt.
Ultraschall-Behandlungsgerät: Ultraschall-Homogenisator VP-050 (hergestellt von Taitec Corporation).
Mikrochip: Stufen-Typ Mikrochip, Spitzendurchmesser ϕ2 mm.
Spitzenposition des Mikrochips: die Mitte des Glasfläschchens in einer Höhe von 5 mm vom Boden des Fläschchens.
Ultraschallbedingungen: Intensität 30%, 30 min. Zu diesem Zeitpunkt werden Ultraschallwellen angewendet, während das Fläschchen mit Eiswasser gekühlt wird, um die Temperatur der Dispersion nicht zu erhöhen.

[0180] Die Dispersionsflüssigkeit wird in ein Glasrohr (50 mL) für einen Schwenkrotor überführt und mit einer Zentrifuge (H-9R; hergestellt von Kokusan Co., Ltd.) bei 58,33 S^{-1} für 30 min zentrifugiert. Jedes Material, das den Toner bildet, wird nach der Zentrifugation in dem Glasrohr getrennt. Jedes Material wird unter Vakuumbedingungen (40°C/24 h) extrahiert und getrocknet. Die Feinteilchen A und B, die den Anforderungen der vorliegenden Erfindung entsprechen, werden ausgewählt und extrahiert, und ihre Menge wird gemessen.

Verfahren zur Messung des spezifischen Durchgangswiderstands von Feinteilchen B

[0181] Der spezifische Durchgangswiderstand der Feinteilchen B wird aus einem Stromwert berechnet, der mit einem Elektrometer gemessen wird (6430-Typ Sub-Femtoamp Remote Source Meter, hergestellt von Keithley Instruments Co.). Insgesamt 1,0 g der Feinteilchen B werden in einen Probenhalter (Typ SH2-Z, hergestellt von TOYO Corporation) mit einer oberen und einer unteren Elektrode in Sandwichbauweise gefüllt, und die Feinteilchen B werden durch Anlegen eines Drehmoments von 2,0 N·m komprimiert. Die verwendeten Elektroden haben einen oberen Elektrodendurchmesser von 25 mm und einen unteren Elektrodendurchmesser von 2,5 mm. Eine Spannung von 10,0 V wird durch den Probenhalter an die Feinteilchen B angelegt, ein Wider-

standswert wird aus einem Stromwert zum Zeitpunkt der Sättigung berechnet, der keinen Ladestrom enthält, und ein spezifischer Durchgangswiderstand wird durch die folgende Gleichung berechnet.

[0182] Die Feinteilchen B können vom Toner isoliert werden, indem der Toner in einem Lösungsmittel, wie etwa Chloroform dispergiert wird und dann die Feinteilchen B durch eine Differenz im spezifischen Gewicht durch Zentrifugieren oder dergleichen isoliert werden. Es ist auch möglich, die Feinteilchen B allein zu messen, falls die Feinteilchen B allein erhalten werden können.

$$\text{Spezifischer Durchgangswiderstand}(\Omega\text{m}) = \text{Widerstandswert}(\Omega) \cdot \text{Elektrodenlfläche}(\text{m}^2)/\text{Probendicke}(\text{m})$$

Verfahren zur Messung des zahlengemittelten Teilchendurchmessers von Primärteilchen von Feinteilchen B

[0183] Der zahlengemittelte Teilchendurchmesser der Primärteilchen der Feinteilchen B wird unter Verwendung eines Rasterelektronenmikroskops „S-4800“ (Handelsname; hergestellt von Hitachi, Ltd.) gemessen. Der Toner, dem die Feinteilchen B zugegeben wurden, wird betrachtet, und die Hauptachse von 100 Primärteilchen der Feinteilchen B wird nach dem Zufallsprinzip in einem bis zu 50000-fach vergrößerten Sichtfeld gemessen, um den zahlengemittelten Teilchendurchmesser zu erhalten. Die Betrachtungsvergrößerung wird optional in Abhängigkeit von der Größe der Feinteilchen B angepasst.

[0184] Wenn die Feinteilchen B allein erhalten werden können, können die Feinteilchen B allein gemessen werden.

Verfahren zur Messung des zahlengemittelten Teilchendurchmessers von Primärteilchen aus Feinteilchen C

[0185] Der zahlengemittelte Teilchendurchmesser der Feinteilchen C wird auf die gleiche Weise gemessen wie bei dem Verfahren zur Messung des zahlengemittelten Teilchendurchmessers der Primärteilchen der Feinteilchen B. Um von den Feinteilchen A und den Feinteilchen B zu unterscheiden, wird an jedem Teilchen des externen Additivs eine EDS-Analyse durchgeführt, und es wird bestimmt, ob es sich bei den analysierten Teilchen um die Feinteilchen C handelt oder nicht.

Verfahren zur Messung des Anteils der von eingebetteten Feinteilchen eingenommenen Fläche B

[0186] Der Anteil der von den eingebetteten Feinteilchen B eingenommenen Fläche wird mit einem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) (JEM-2100 von JEOL Ltd.) gemessen.

[0187] Bei der Anfertigung der Probe wird der zu betrachtende Toner in einem bei Normaltemperatur härtbaren Epoxidharz ausreichend dispergiert. Danach wird das gehärtete Produkt, das durch Härten in einer Atmosphäre bei einer Temperatur von 35°C für 2 Tage erhalten wird, so wie es ist oder nach dem Einfrieren als flockige Probe betrachtet, die mit einem Mikrotom, das mit einer Diamantklinge ausgestattet ist, erhalten wird.

[0188] Der kreisäquivalente Durchmesser des Toners wird aus der Querschnittsfläche in einer transmissionsmikroskopischen Aufnahme bestimmt, und der Toner, bei dem der erhaltene Wert innerhalb von ±10% des zahlengemittelten Teilchendurchmessers der Tonerteilchen liegt, der nach dem oben beschriebenen Verfahren unter Verwendung eines Coulter-Zählers bestimmt wurde, wird für die TEM-Betrachtung ausgewählt. Die folgende Toner-Querschnittsbildanalyse wird an 100 Querschnitten durchgeführt.
Für die Bildanalyse wird die Bildverarbeitungssoftware „Image-Pro Plus 5.1J“ (hergestellt von Media Cybernetics) verwendet.

[0189] Im Folgenden wird die Unterscheidung zwischen eingebetteten Feinteilchen B und nicht eingebetteten Feinteilchen B beschrieben. Wenn nur ein Teil des Feinteilchens B im Tonerteilchen eingebettet ist, wird davon ausgegangen, dass das Feinteilchen B eingebettet ist, wenn die Länge eines Abschnitts des Feinteilchens B in Kontakt mit dem Tonerteilchen 50% oder mehr einer Umfangslänge des Feinteilchens B beträgt. Wenn die Länge eines Abschnitts des Feinteilchens B in Kontakt mit dem Tonerteilchen weniger als 50% beträgt, wird davon ausgegangen, dass das Feinteilchen B nicht eingebettet ist.

[0190] Im Folgenden wird ein für die Bildanalyse verwendeter Bereich im Tonerquerschnitt beschrieben. Die Kontur des Querschnitts des Toners ist die äußerste Oberfläche des Toners. Ein Abschnitt, in dem die Feinteilchen A oder B die äußerste Oberfläche sind, und ein Abschnitt, in dem das Tonerteilchen die äußerste

Oberfläche ist, sind in einem Teilchen des Toners beinhaltet. Ein Bereich von der Kontur des Tonerquerschnitts bis 30 nm nach Innen in Richtung des Schwerpunktes des Querschnitts wird als oberflächennaher Bereich definiert. Wenn das gesamte Feinteilchen B oder ein Teil davon, das im Tonerteilchen eingebettet ist, in Bezug auf den oberflächennahen Bereich in der Tonerinnenseite enthalten ist, ist die Fläche dieses Teils nicht in der Fläche des eingebetteten Feinteilchens B beinhaltet.

[0191] Der Anteil F der Fläche, die von einem Teil der im oberflächennahen Bereich eingebetteten Feinteilchen B eingenommen wird, wird auf der Grundlage der Gesamtfläche berechnet, die von den im Querschnitt eines Tonerteilchens vorhandenen Feinteilchen B eingenommen wird.

[0192] Insgesamt werden 100 Querschnitte betrachtet und deren arithmetischer Mittelwert verwendet.

Verfahren zur Messung des Anteils der von eingebetteten Feinteilchen eingenommenen Fläche C

[0193] Der Anteil der von den eingebetteten Feinteilchen C eingenommenen Fläche wird auf die gleiche Weise berechnet wie bei dem Verfahren zur Messung des Anteils der von den eingebetteten Feinteilchen B eingenommenen Fläche.

[0194] Um die Feinteilchen A und die Feinteilchen B zu unterscheiden, wird an jedem Teilchen des externen Additivs eine EDS-Analyse durchgeführt, und es wird bestimmt, ob es sich bei den analysierten Teilchen um die Feinteilchen C handelt.

Messung des Fixierverhältnisses G von Feinteilchen A zum Tonerteilchen

[0195] Insgesamt 160 g Saccharose (hergestellt von Kishida Chemical) werden zu 100 mL ionenausgetauschtem Wasser hinzugegeben und in einem Wasserbad gelöst, um eine konzentrierte Saccharoselösung herzustellen. Insgesamt 31 g der konzentrierten Saccharoselösung und 6 mL CONTAMINON N (eine 10 Massen-%ige wässrige Lösung eines neutralen Reinigungsdetergenses zur Reinigung von Präzisionsmessinstrumenten; das einen pH-Wert von 7 hat und ein nichtionisches Tensid, ein anionisches Tensid und einen organischen Builder enthält, hergestellt von Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) werden in ein Zentrifugenrohr (Fassungsvermögen 50 mL) gegeben, um eine Dispersionsflüssigkeit herzustellen. Der Dispersionsflüssigkeit werden insgesamt 1,0 g des Toners zugesetzt, und die Tonerklumpen werden mit einem Spatel oder dergleichen gelöst.

[0196] Das Zentrifugenrohr wird 20 Minuten lang auf einem Schüttler („KMShaker“, hergestellt von Iwaki Sangyo Co., Ltd.) bei einer Geschwindigkeit von 350 spm (Hübe pro Minute) geschüttelt. Nach dem Schütteln wird die Lösung in ein Glasrohr (Fassungsvermögen 50 mL) für einen Schwenkrotor überführt und unter Bedingungen von 3500 U/min und 30 min in einer Zentrifuge (H-9R; hergestellt von Kokusan Co., Ltd.) getrennt.

[0197] Es wird visuell bestätigt, dass der Toner und die wässrige Lösung ausreichend getrennt sind, und der in der obersten Schicht abgetrennte Toner wird mit einem Spatel oder dergleichen gesammelt. Eine wässrige Lösung, die den gesammelten Toner beinhaltet, wird mit einem Vakuumfilter filtriert und dann mit einem Trockner 1 h oder länger getrocknet. Das getrocknete Produkt wird mit einem Spatel deagglomeriert, und die Menge der im Feinteilchen A enthaltenen Metallelemente wird durch Röntgenfluoreszenz gemessen. Das Fixierverhältnis (%) wird aus dem Verhältnis der Elementmengen des mit der Dispersionsflüssigkeit behandelten Toners und des zu messenden Ausgangstoners berechnet.

[0198] Die Messung der Fluoreszenz-Röntgenstrahlen von jedem Element entspricht JIS K 0119-1969, und ist im Einzelnen wie folgt.

[0199] Als Messgerät dient ein wellenlängendispersives Röntgenfluoreszenzspektrometer „Axios“ (hergestellt von PANalytical) und die damit bereitgestellte spezielle Software „SuperQ ver. 4.0F“ (hergestellt von PANalytical) wird zur Einstellung der Messbedingungen und Analyse der Messdaten verwendet. Rh wird als Anode der Röntgenröhre verwendet, die Messatmosphäre ist Vakuum, der Messdurchmesser (Kollimatormaskendurchmesser) beträgt 10 mm, und die Messzeit beträgt 10 Sekunden. Wenn ein leichtes Element gemessen wird, wird ein Proportionalzähler (PC) verwendet, und wenn ein schweres Element gemessen wird, wird ein Szintillationszähler (SC) verwendet.

[0200] Als Messprobe wird ein Pellet verwendet, das hergestellt wird, indem etwa 1 g des mit der Dispersionsflüssigkeit behandelten Toners oder des Ausgangstoners in einen speziellen Aluminiumring zum Pressen

gegeben wird, der einen Durchmesser von 10 mm hat, abgeflacht wird und durch Pressen mit einer Tablettenkompressionsmaschine „BRE-32“ (Maekawa Testing Machine MFG Co., Ltd.) bei 20 MPa für 60 Sekunden auf eine Dicke von etwa 2 mm geformt wird.

[0201] Die Messung wird unter den oben genannten Bedingungen durchgeführt, die Elemente werden auf der Grundlage der erhaltenen Röntgenpeakpositionen identifiziert, und ihre Konzentration wird aus der Zählrate (Einheit: cps) berechnet, die die Anzahl der Röntgenphotonen pro Zeiteinheit angibt.

[0202] Das Verfahren zur Quantifizierung des Toners wird beispielhaft anhand eines Falls beschrieben, in dem die Feinteilchen A Zinkstearat sind. Zinkstearatfeinpulver wird zu 100 Massenteilen des Tonerteilchens hinzugegeben, um 0,5 Massenteile zu erhalten, und mit einer Kaffeemühle ausreichend gemischt. In ähnlicher Weise wird Zinkstearat mit den Tonerteilchen gemischt, um 1,0 Massenteile und 2,0 Massenteile zu erhalten, und diese Mischungen werden als Proben für eine Kalibrierkurve verwendet.

[0203] Für jede Probe wird ein Pellet für eine Kalibrierkurvenprobe, wie oben beschrieben, mit der Tablettenkompressionsmaschine hergestellt, und die Ka-Strahlennettointensität des Metallelements des Fettsäuremetallsalzes wird gemessen. Die Kalibrierkurve in Form einer linearen Funktion wird durch Auftragen der erhaltenen Röntgenstrahl-Zählrate auf der Ordinate und der Menge des Fettsäuremetallsalzes, das in jeder Kalibrierkurvenprobe zugegeben wurde, auf der Abszisse erhalten.

[0204] Als Nächstes wird mit dem Pellet des zu analysierenden Toners die Ka-Strahlennettointensität des Metallelements des Fettsäuremetallsalzes gemessen. Dann wird die Menge des Fettsäuremetallsalzes im Toner anhand der Kalibrierkurve bestimmt. Das Verhältnis der Elementmenge in dem mit der Dispersionsflüssigkeit behandelten Toner zur Elementmenge im Ausgangstoner, berechnet nach dem oben genannten Verfahren, wird bestimmt und als Fixierverhältnis G (%) genommen.

Verfahren zur Messung des Dispersionsgradbewertungsindex von Feinteilchen B

[0205] Die Berechnung des Dispersionsgradbewertungsindex der Feinteilchen B in der Toneroberfläche wird mit einem Rasterelektronenmikroskop „S-4800“ durchgeführt. Der Toner, dem die Feinteilchen B extern hinzugefügt wurden, wird in einem 10000-fach vergrößerten Sichtfeld bei einer Beschleunigungsspannung von 1, 0 kV im selben Sichtfeld betrachtet. Mit Hilfe der Bildverarbeitungssoftware „Image-Pro Plus 5.1J“ (hergestellt von Media Cybernetics, Inc.) wird die Berechnung aus dem betrachteten Bild auf folgende Weise durchgeführt.

[0206] Die Binarisierung wird so durchgeführt, dass nur die Feinteilchen B extrahiert werden, die Anzahl n der Feinteilchen B und die baryzentrischen Koordinaten aller Feinteilchen B werden berechnet und der Abstand dn min zwischen jedem Feinteilchen B und dem nächstgelegenen Feinteilchen B wird berechnet. Unter der Annahme, dass der Mittelwert des nähesten Abstands zwischen den Feinteilchen B im Bild als d ave genommen wird, wird der Dispersionsgrad durch die folgende Formel dargestellt.

$$Dispersionsgrad\text{ - }bewertungsindex = \sqrt{\frac{\sum_1^n \left(dn\ min - d\ ave\right)^2}{n}} / \text{ d ave}$$

[0207] Der Dispersionsgrad wird nach der obigen Prozedur für 50 zufällig betrachtete Toner bestimmt, und der Mittelwert wird als Dispersionsgradbewertungsindex verwendet. Je kleiner der Dispersionsgradbewertungsindex ist, desto besser ist die Dispergierbarkeit.

Verfahren zur Messung des Schmelzpunktes von Wachs
und der Glasübergangstemperatur Tg von Tonerteilchen

[0208] Der Schmelzpunkt des Wachses und die Glasübergangstemperatur Tg des Tonerteilchens werden mit einem Differential-Scanning-Kalorimeter „Q1000“ (hergestellt von TA Instruments) gemäß ASTM D3418-82 gemessen. Die Temperaturkorrektur der Gerätedetektionseinheit verwendet die Schmelzpunkte von Indium und Zink, und die Wärmemengenkorrektur verwendet die Schmelzwärme von Indium.

[0209] Konkret werden etwa 3 mg einer Probe (Wachs, Tonerteilchen) genau gewogen und in einen Aluminiumtiegel gelegt, wobei ein leerer Aluminiumtiegel als Referenz dient. Die Messung wird mit einer Temperaturanstiegsrate von 10°C/min in einem Messtemperaturbereich von 30°C bis 200°C durchgeführt. Bei der

Messung wird die Temperatur einmal mit einer Rate von 10°C/min auf 200°C angehoben, dann mit einer Rate von 10°C/min auf 30°C abgesenkt und dann wieder mit einer Rate von 10°C/min angehoben.

[0210] Die physikalischen Eigenschaften werden anhand der DSC-Kurve bestimmt, die im zweiten Temperaturanstiegsprozess erhalten wird. In dieser DSC-Kurve wird die Temperatur, die einen maximalen endothermen Peak der DSC-Kurve im Temperaturbereich von 30°C bis 200°C zeigt, als Schmelzpunkt der Probe definiert. In der DSC-Kurve wird der Schnittpunkt zwischen der Linie in der Mitte der Basislinie vor und nach der Änderung der spezifischen Wärme und der DSC-Kurve als Glasübergangstemperatur Tg definiert.

Messung der durchschnittlichen Zirkularität von Tonerteilchen

[0211] Die durchschnittliche Zirkularität des Tonerteilchens wird mit einem „FPIA-3000"-Strömungsteilchenbildanalysegerät (Sysmex Corporation) unter den Mess- und Analysebedingungen für Kalibrierungsvorgänge gemessen.

[0212] Die spezifischen Messverfahren sind wie folgt.

[0213] Etwa 20 mL Ionenaustauscherwasser, aus dem feste Verunreinigungen und dergleichen entfernt wurden, werden zunächst in einen Glasbehälter gegeben. Dann werden etwa 0,2 mL einer verdünnten Lösung von „Contaminon N" (eine 10 Massen-%ige wässrige Lösung eines pH 7-neutralen Detergens zum Waschen von Präzisionsinstrumenten, die ein nichtionisches Tensid, ein anionisches Tensid und einen organischen Builder enthält, hergestellt von Wako Pure Chemical Industries, Ltd.), 3-fach verdünnt mit Ionenaustauschwasser, zugegeben.

[0214] Etwa 0,02 g der Messprobe werden dann hinzugefügt und 2 Minuten lang mit einem Ultraschalldispergierer dispergiert, um eine Dispersion für die Messung zu erhalten. Während dieses Vorgangs wird gegebenenfalls gekühlt, so dass die Temperatur der Dispersion 10°C bis 40°C beträgt.

[0215] Unter Verwendung eines Tisch-Ultraschallreinigers und -dispergierers mit einer Schwingungsfrequenz von 50 kHz und einer elektrischen Leistung von 150 W (z.B. „VS-150" von Velvo-Clear) wird eine bestimmte Menge Ionenaustauschwasser in den Dispergierbehälter gegeben und etwa 2 mL der Verunreinigung N in den Behälter gegeben.

[0216] Für die Messung wird ein Strömungsteilchenbildanalysator verwendet, das mit einer „LUCPLFLN"-Objektivlinse (20-fache Vergrößerung, Blende 0,40) ausgestattet ist, mit der Teilchenhülle „PSE-900A" (Sysmex Corporation) als Hüllflüssigkeit. Die durch die obigen Prozeduren erhaltene Flüssigkeitsdispersion wird in den Strömungsteilchenbildanalysator eingeführt, und 2000 Tonerteilchen werden im HPF-Messmodus, Gesamtzählmodus, gemessen.

[0217] Die durchschnittliche Zirkularität des Tonerteilchens wird dann bei der Teilchenanalyse mit einem Binarisierungsschwellenwert von 85% bestimmt, wobei die analysierten Teilchendurchmesser auf äquivalente Kreisdurchmesser von zumindest 1,977 μm bis weniger als 39,54 μm beschränkt sind.

[0218] Vor Beginn der Messung wird eine Autofokuseinstellung unter Verwendung von Standard-Latexteilchen durchgeführt (z.B. Duke Scientific Corporation „RESEARCH AND TEST PARTICLES Latex Microsphere Suspensions 5100A", verdünnt mit Ionenaustauscher-Wasser). Die Autofokuseinstellung wird dann alle zwei Stunden nach Beginn der Messung erneut durchgeführt.

Beispiele

[0219] Im Folgenden wird die Erfindung anhand von Beispielen und Vergleichsbeispielen näher erläutert, aber die Erfindung ist in keiner Weise darauf beschränkt. Sofern nicht anders angegeben, basieren die Teile in den Beispielen auf der Masse.

Herstellungsbeispiel von Tonerteilchen 1

[0220] Ein Herstellungsbeispiel von Tonerteilchen 1 werden hier erläutert. Anfertigung der Dispersion von Harzteilchen

[0221] 89,5 Teile Styrol, 9,2 Teile Butylacrylat, 1,3 Teile Acrylsäure und 3,2 Teile n-Laurylmercaptan wurden gemischt und gelöst. Eine wässrige Lösung von 1,5 Teilen Neogen RK (DKS Co., Ltd.) in 150 Teilen Ionenaustauscherwasser wurde zugegeben und dispergiert. Diese wurde dann 10 Minuten lang vorsichtig gerührt, während eine wässrige Lösung von 0,3 Teilen Kaliumpersulfat in 10 Teilen Ionenaustauschwasser hinzugefügt wurde. Nach der Stickstoffspülung wurde die Emulsionspolymerisation 6 Stunden lang bei 70°C durchgeführt. Nach Abschluss der Polymerisation wurde die Reaktionslösung auf Raumtemperatur gekühlt, und Ionenaustauschwasser wurde zugegeben, um eine Harzteilchendispersion mit einem mittleren volumenbasierten Teilchendurchmesser von 0,2 µm und einer Feststoffkonzentration von 12,5 Massen-% zu erhalten.

Anfertigung der Trennmitteldispersion

[0222] 100 Teile eines Trennmittels (Behenylbehenat, Schmelzpunkt 72,1°C) und 15 Teile Neogen RK wurden mit 385 Teilen Ionenaustauscherwasser gemischt und etwa 1 Stunde lang mit einer Nass-Strahlmühleneinheit JN100 (Jokoh Co., Ltd.) dispergiert, um eine Trennmitteldispersion zu erhalten. Die Feststoffkonzentration der Trennmitteldispersion betrug 20 Massen-%.

Anfertigung der Färbemitteldispersion

[0223] 100 Teile Carbon Black als Färbemittel „Nipex35 (Orion Engineered Carbons)“ und 15 Teile Neogen RK wurden mit 885 Teilen Ionenaustauscherwasser gemischt und etwa 1 Stunde lang in einer Nassstrahlmühle JN100 dispergiert, um eine Färbemitteldispersion zu erhalten.

Anfertigung von Tonerteilchen

[0224] 265 Teile der Harzteilchendispersion, 10 Teile der Trennmitteldispersion und 10 Teile der Färbemitteldispersion wurden mit einem Homogenisator (Ultra-Turrax T50, IKA) dispergiert. Die Temperatur im Inneren des Gefäßes wurde unter Rühren auf 30°C eingestellt, und zur Einstellung des pH-Wertes auf 5,0 wurde 1 mol/L Salzsäure zugegeben. Dies wurde 3 Minuten lang belassen, bevor der Temperaturanstieg eingeleitet wurde, und die Temperatur wurde auf 50°C erhöht, um Aggregatteilchen zu erzeugen.

[0225] Der Teilchendurchmesser der Aggregatteilchen wurde unter diesen Bedingungen mit einem „Multisizer (R) 3 Coulter Counter“ (Beckman Coulter, Inc.) gemessen. Sobald der gewichtsgemittelte Teilchendurchmesser 6,2 µm erreichte, wurde 1 mol/L wässrige Natriumhydroxidlösung hinzugefügt, um den pH-Wert auf 8,0 einzustellen und das Teilchenwachstum zu stoppen.

[0226] Die Temperatur wurde dann auf 95°C erhöht, um die Aggregatteilchen zu verschmelzen und zu sphäroidisieren. Die Temperatursenkung wurde eingeleitet, wenn die durchschnittliche Zirkularität 0,980 erreichte, und die Temperatur wurde auf 30°C gesenkt, um eine Tonerteilchendispersion 1 zu erhalten.

[0227] Salzsäure wurde hinzugefügt, um den pH-Wert der resultierenden Tonerteilchendispersion auf 1 bis 1, 5 oder weniger einzustellen, und die Dispersion wurde 1 Stunde lang gerührt, stehen gelassen und dann einer Fest-Flüssig-Trennung in einem Druckfilter unterzogen, um einen Tonerkuchen zu erhalten. Dieser wurde mit Ionenaustauschwasser zu einer Aufschlämmung verarbeitet, erneut dispergiert und in der vorherigen Filtereinheit einer Fest-Flüssig-Trennung unterzogen. Das erneute Aufschlämmen und die Fest-Flüssig-Trennung wurden wiederholt, bis die elektrische Leitfähigkeit des Filtrats nicht mehr als 5,0 µS/cm betrug, um schließlich einen Fest-Flüssig getrennten Tonerkuchen zu erhalten.

[0228] Der so erhaltene Tonerkuchen wurde mit einem Flashjet-Trockner (Lufttrockner) getrocknet (Seishin Enterprise Co., Ltd.). Die Trocknungsbedingungen waren eine Blastemperatur von 90°C und eine Trocknerausstrittstemperatur von 40°C, wobei die Zufuhrgeschwindigkeit des Tonerkuchens entsprechend dem Feuchtigkeitsgehalt des Tonerkuchens so eingestellt wurde, dass die Austrittstemperatur nicht von 40°C abweicht. Feines und grobes Pulver wurde mit einem Mehrteilungssichter unter Ausnutzung des Coanda-Effekts herausgeschnitten, um ein Tonerteilchen 1 zu erhalten. Tabelle 1 zeigt verschiedene physikalische Eigenschaften.

Herstellungsbeispiel von Tonerteilchen 2

[0229] Tonerteilchen 2 wurden auf die gleiche Weise wie im Herstellungsbeispiel von Tonerteilchen 1 gewonnen, mit der Ausnahme, dass im Herstellungsbeispiel von Tonerteilchen 1 der Zeitpunkt des Stoppens des Teilchenwachstums im Erzeugungsschritt der Aggregatteilchen geändert wurde. Tabelle 1 zeigt verschiedene physikalische Eigenschaften.

Herstellungsbeispiel von Tonerteilchen 3

[0230] Tonerteilchen 3 wurden auf die gleiche Weise wie im Herstellungsbeispiel von Tonerteilchen 1 erhalten, mit der Ausnahme, dass Paraffinwachs (Schmelzpunkt: 75,4°C) anstelle von Behenylbehenat (Schmelzpunkt: 72, °C) bei der Anfertigung der Trennmitteldispersionslösung im Herstellungsbeispiel von Tonerteilchen 1 verwendet wurde. Tabelle 1 zeigt verschiedene physikalische Eigenschaften.

[Tabelle 1]

	Zahlengemittelter Teilchendurchmesser (μm)	Theoretische Oberfläche C (m^2/g)	Durchschnittliche Zirkularität	Tg (°C)
Tonerteilchen 1	5,5	0,99	0,980	57
Tonerteilchen 2	4,5	1,20	0,981	57
Tonerteilchen 3	5,5	1,00	0,978	58

Herstellung von Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A1

[0231] Ein mit einem Rührwerk ausgestatteter Aufnahmebehälter wurde vorbereitet, und das Rührwerk wurde mit 350 U/min gedreht. 500 Teile einer 0,5 Massen-%igen wässrigen Natriumstearatlösung wurden in den Aufnahmebehälter gegeben, und die Flüssigkeitstemperatur wurde auf 85°C eingestellt. 525 Teile einer 0,2 Massen-%igen wässrigen Zinksulfatlösung wurden dann im Laufe von 15 Minuten in den Aufnahmebehälter getropft. Nach Beendigung aller Zugaben wurde dies 10 Minuten lang bei der gleichen Temperatur wie die Reaktion gehärtet, und die Reaktion wurde beendet.

[0232] Die so erhaltene Fettsäuremetallsalzaufschlämmung wurde gefiltert und gewaschen. Der so erhaltene gewaschene Fettsäuremetallsalzkuchen wurde zerkleinert und bei 105°C mit einem kontinuierlichen Durchlauflufttrockner getrocknet. Dies wurde dann mit einer Nano-Mühle NJ-300 (Sunrex Industry Co., Ltd.) mit einem Luftstrom von 6,0 m^3/min bei einer Verarbeitungsgeschwindigkeit von 80 kg/h pulverisiert. Diese wurde wieder aufgeschlämmt, und feine und grobe Teilchen wurden mit einer Nasszentrifuge entfernt. Dies wurde dann bei 80°C mit einem kontinuierlichen Durchlauflufttrockner getrocknet, um ein getrocknetes Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A1 zu erhalten.

[0233] Die resultierenden Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A1 hatten einen volumenbasierten mittleren Durchmesser (D50s) von 0,45 μm und einen Spannwert B von 0,92. Tabelle 2 zeigt die physikalischen Eigenschaften der Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A1.

Herstellung von Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A2

[0234] Die 0,5 Massen-%ige wässrige Lösung von Natriumstearat bei der Herstellung von Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A1 wurde durch eine 1,0 Massen-%ige wässrige Lösung von Natriumstearat ersetzt, und die 0,2 Massen-%ige wässrige Lösung von Zinksulfat wurde durch eine 0,7 Massen-%ige wässrige Lösung von Calciumchlorid ersetzt. Die Reaktion wurde durch eine 5-minütige Alterung beendet. Weiterhin wurden die Pulverisierungsbedingungen auf ein Luftvolumen von 5,0 m^3/min geändert, und nach der Pulverisierung wurden feine und grobe Pulver mit einem Windsichter entfernt, um Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A2 zu erhalten.

[0235] Die resultierenden Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A2 hatten einen volumenbasierten mittleren Durchmesser (D50s) von 0,58 μm und einen Spannwert von 1,73. Tabelle 2 zeigt die physikalischen Eigenschaften der Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A2.

Herstellung von Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A3

[0236] Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A3 wurden auf die gleiche Weise wie bei der Herstellung von Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A1 erhalten, mit der Ausnahme, dass die 0,2 Massen-%ige wässrige Lösung von Zinksulfat durch eine 0,3 Massen-%ige wässrige Lösung von Lithiumchlorid ersetzt wurde. Die resultierenden Fettsäuremetallsalzteilchen A3 hatten einen volumenbasierten mittleren Durchmesser (D50s) von 0,33 μm und einen Spannwert B von 0,85. Tabelle 2 zeigt die physikalischen Eigenschaften der Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A3.

Herstellung von Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A4

[0237] Die 0,5 Massen-%ige wässrige Lösung von Natriumstearat bei der Herstellung der Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A1 wurde durch eine 0,5 Massen-%ige wässrige Lösung von Natriumlaurat ersetzt, die Bedingungen der Pulverisierung wurde auf einen Luftstrom von 10,0 m^3/min geändert und der Pulverisierungsschritt wurde dreimal durchgeführt. Die resultierenden Fettsäuremetallsalzteilchen A4 hatten einen volumenbasierten mittleren Durchmesser (D50s) von 0,18 µm und einen Spannwert B von 1,34. Tabelle 2 zeigt die physikalischen Eigenschaften der Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A4.

Herstellung von Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A5

[0238] Die 0,5 Massen-%ige wässrige Lösung von Natriumstearat bei der Herstellung der Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A1 wurde durch eine 0,05 Massen-%ige wässrige Lösung von Natriumstearat ersetzt, und die 0,2 Massen-%ige wässrige Lösung von Zinksulfat wurde durch eine 0,02 Massen-%ige wässrige Lösung von Zinksulfat ersetzt. Die Bedingungen der Pulverisierung wurden auf einen Luftstrom von 10,0 m^3/min geändert, und der Pulverisierungsschritt wurde dreimal durchgeführt. Danach wurden grobe Teilchen entfernt, indem sie durch ein Sieb geleitet wurden, ohne einen Klassierungsschritt durchzuführen, um Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A5 zu erhalten.

[0239] Die resultierenden Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A5 hatten einen volumenbasierten mittleren Durchmesser (D50s) von 0,12 µm und einen Spannwert B von 1,05. Tabelle 2 zeigt die physikalischen Eigenschaften der Feinteilchen A5 des Fettsäuremetallsalzes.

Herstellung von Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A6

[0240] Kommerziell erhältliches Zinkstearat (SZ2000, hergestellt von Sakai Chemical Industry Co., Ltd.) wurde als Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A6 verwendet. Der volumenbasierte mittlere Durchmesser (D50s) betrug 5,30 µm, und der Spannwert betrug 1,84. Tabelle 2 zeigt die physikalischen Eigenschaften der Fettsäuremetallsalzfeinteilchen A6.

[Tabelle 2]

	Länge von C Kette	Metall	mittlerer Durchmesser (µm)	Spannwert
Feinteilchen A1	18	Zn	0,45	0,92
Feinteilchen A2	18	Ca	0,58	1,73
Feinteilchen A3	18	Li	0,33	0,85
Feinteilchen A4	12	Zn	0,18	1,34
Feinteilchen A5	18	Zn	0,12	1,05
Feinteilchen A6	18	Zn	5,30	1,84

Herstellungsbeispiel von Feinteilchen B1

[0241] Ilmeniterz, das 50 Massen-% an TiO_2-Äquivalent beinhaltet, wurde bei 150°C für 3 h getrocknet und dann durch Zugabe von Schwefelsäure gelöst, um eine wässrige Lösung von $TiOSO_4$ zu erhalten. Nach dem Konzentrieren der erhaltenen wässrigen Lösung wurden 10 Teile Titandioxidsol mit Rutil-Kristallen als Impfkristalle zugegeben und dann bei 170°C hydrolysiert, um eine Aufschlämmung von $TiO(OH)_2$ einschließlich Verunreinigungen zu erhalten. Diese Aufschlämmung wurde wiederholt bei pH 5 bis 6 gewaschen, und Schwefelsäure, $FeSO_4$ und Verunreinigungen wurden ausreichend entfernt, um eine Aufschlämmung von hochreiner Metatitansäure [$TiO(OH)_2$] zu erhalten.

[0242] Nachdem diese Aufschlämmung gefiltert worden war, wurden 0,5 Teile Lithiumcarbonat (Li_2CO_3) hinzugefügt, und die Mischung wurde bei 250°C für 3 h kalziniert. Dann wurde die Deagglomerationsbehandlung durch eine Strahlmühle wiederholt, um Titanoxidfeinteilchen mit Rutil-Typ Kristallen zu erhalten. Insgesamt 5 Teile Isobutyltrimethoxysilan als Oberflächenbehandlungsmittel wurden zugetropft, gemischt und mit 100 Teilen der Titanoxidfeinteilchen umgesetzt, während die erhaltenen Titanoxidfeinteilchen in Ethanol dispergiert und gerührt wurden. Nach dem Trocknen wurde die Mischung bei 170°C für 3 h wärmebehandelt, und die De-

agglomerationsbehandlung wurde wiederholt mit einer Strahlmühle durchgeführt, bis die Titanoxidaggregate verschwanden, wodurch Feinteilchen B1 als Titanoxidfeinteilchen erhalten wurden. Tabelle 3 zeigt die physikalischen Eigenschaften.

Herstellungsbeispiel von Feinteilchen B2

[0243] Feinteilchen B2, bei denen es sich um Titanoxidfeinteilchen handelt, wurden auf die gleiche Weise wie die Feinteilchen B1 erhalten, mit der Ausnahme, dass im Herstellungsbeispiel von Feinteilchen B1 die Kalzinierungstemperatur auf 240°C und die Menge an Isobutyltrimethoxysilan als Oberflächenbehandlungsmittel auf 15 Teile geändert wurden. Tabelle 3 zeigt die physikalischen Eigenschaften.

Beispiel für die Herstellung von Feinteilchen B3

[0244] Feinteilchen B3, bei denen es sich um Titanoxidfeinteilchen handelt, wurden auf die gleiche Weise wie die Feinteilchen B1 erhalten, mit der Ausnahme, dass die Kalzinierungstemperatur im Herstellungsbeispiel von Feinteilchen B1 auf 260°C geändert wurde. Tabelle 3 zeigt die physikalischen Eigenschaften.

Beispiel für die Herstellung von Feinteilchen B4

[0245] Nachdem die durch das Schwefelsäuremetatitansäure-Verfahren erhaltene Metatitansäure einer Enteisenungs-Bleichbehandlung unterzogen worden war, wurde eine wässrige Lösung von Natriumhydroxid zugegeben, um den pH-Wert auf 9,0 einzustellen, eine Entschwefelungsbehandlung durchgeführt und dann eine Neutralisation mit Salzsäure auf pH 5,8 durchgeführt, gefolgt von einer Filtration und Wasserwaschen. Dem gewaschenen Kuchen wurde Wasser hinzugefügt, um eine Aufschlämmung von 1,85 mol/L als TiO_2 zu bilden, und dann wurde Salzsäure hinzugefügt, um den pH-Wert auf 1,0 einzustellen, gefolgt von einer Entflockung.

[0246] Die Metatitansäure, die einer Entschwefelung und Entflockung unterzogen wurde, wurde in einer Menge von 1,88 Mol als TiO_2 gesammelt und in ein 3-L-Reaktionsgefäß gefüllt. Insgesamt 2,16 mol einer wässrigen Strontiumchloridlösung wurde der entflockten Metatitansäureaufschlämmung zugegeben, so dass Sr/Ti (Molverhältnis) 1,15 betrug und die TiO_2-Konzentration auf 1,039 mol/L eingestellt wurde.

[0247] Als nächstes wurde unter Rühren und Mischen auf 90°C erhitzt und 440 mL einer 10 mol/L wässrigen Natriumhydroxidlösung über 45 min hinzugefügt. Danach wurde 1 Stunde lang bei 95°C gerührt, um die Reaktion abzuschließen. Die Reaktionsaufschlämmung wurde auf 50°C gekühlt, Salzsäure wurde zugegeben, bis der pH-Wert 5,0 erreichte, und das Rühren wurde 1 h lang fortgesetzt. Die erhaltene Ausfällung wurde durch Dekantieren gewaschen.

[0248] Die Aufschlämmung, die den Niederschlag beinhaltet, wurde auf 40°C eingestellt, und der pH-Wert wurde durch Zugabe von Salzsäure auf 2,5 eingestellt. Dann wurden 4,0 Massen-% n-Octyltriethoxysilan, bezogen auf die Feststofffraktion, zugegeben, und die Mischung wurde 10 h unter Rühren gehalten. Der Kuchen, der durch Einstellung des pH-Wertes auf 6,5 durch Zugabe einer 5 mol/L Natriumhydroxidlösung und weiterem Rühren für 1 h, gefolgt von Filtration und Waschen, erhalten wurde, wurde 8 h bei 120°C an der Luft getrocknet, um Feinteilchen B4 als Strontiumtitanatfeinteilchen zu erhalten. Tabelle 3 zeigt die physikalischen Eigenschaften.

Herstellungsbeispiel von Feinteilchen B5

[0249] Einer Brennkammer wurde Sauerstoff mit 50 Nm^3/h und Argongas mit 2 Nm^3/h zugeführt, um eine Zone für die Zündung von Aluminiumpulver zu bilden. Anschließend wurde Aluminiumpulver (mittlerer Teilchendurchmesser: ca. 45 µm, Zufuhrmenge: 20 kg/h) zusammen mit Stickstoffgas (Zufuhrmenge: 3,5 Nm^3/h) aus einer Aluminiumpulver-Zufuhreinrichtung durch eine Brennkammer dem Reaktionsofen zugeführt.

[0250] Aluminiumoxidteilchen wurden durch Oxidation des Aluminiumpulvers im Reaktionsofen gewonnen. Die nach dem Durchlaufen des Reaktionsofens erhaltenen Aluminiumoxidteilchen wurden klassiert, um feines und grobes Pulver zu entfernen, wodurch Aluminiumoxidfeinteilchen B5 erhalten wurden. Tabelle 3 zeigt die physikalischen Eigenschaften.

Herstellungsbeispiel von Feinteilchen B6

[0251] Feinteilchen B6, bei denen es sich um Strontiumtitanatfeinteilchen handelt, wurden auf die gleiche Weise wie die Feinteilchen B4 erhalten, mit der Ausnahme, dass 6,0 Massen-% n-Octyltriethoxysilan, bezogen auf die Feststofffraktion, hinzugefügt wurden. Tabelle 3 zeigt die physikalischen Eigenschaften.

[Tabelle 3]

	Material	spezifischer Durchgangswiderstand (Ωm)	Zahlengemittelter Teilchendurchmesser von Primärteilchen (nm)
Feinteilchen B1	Titanoxid	$3{,}0\times10^{5}$	20
Feinteilchen B2	Titanoxid	$7{,}8\times10^{7}$	15
Feinteilchen B3	Titanoxid	$5{,}5\times10^{5}$	55
Feinteilchen B4	Stronti u m titanat	$3{,}4\times10^{7}$	30
Feinteilchen B5	Aluminiumoxid	$2{,}6\times10^{9}$	38
Feinteilchen B6	Stronti u m titanat	$9{,}5\times10^{7}$	35

Feinteilchen C1 bis C2

[0252] Es wurden die in Tabelle 4 gezeigten Feinteilchen C verwendet.

[Tabelle 4]

Feinteilchen C	Material	Zahlengemittelter Teilchendurchmesser von Primärteilchen (nm)
Feinteilchen C1	Siliciumdioxid	10
Feinteilchen C2	Siliciumdioxid	55

Herstellungsbeispiel von Toner 1

[0253] Im ersten Schritt wurden die Tonerteilchen 1 und die Feinteilchen B1 mit einem FM-Mischer (Modell FM10C der Firma Nippon Coke Industry Co., Ltd.) gemischt.

[0254] Nachdem die Wassertemperatur im Mantel des FM-Mischers auf 50°C ± 1°C stabilisiert worden war, wurden 100 Teile Tonerteilchen 1 und 1,00 Teile Feinteilchen B1 in den Mischer geladen. Das Mischen wurde bei einer Umfangsgeschwindigkeit der rotierenden Schaufeln von 38 m/sec gestartet und 7 Minuten lang durchgeführt, wobei die Wassertemperatur und die Durchflussrate im Mantel so gesteuert wurden, dass die Temperatur im Tank bei 50°C ± 1°C stabilisiert wurde, wodurch eine Mischung aus den Tonerteilchen 1 und den Feinteilchen B1 erhalten wurde.

[0255] Anschließend wurden im zweiten Schritt die Feinteilchen A1 und die Feinteilchen C1 mit Hilfe des FM-Mischers (Modell FM10C, hergestellt von Nippon Coke Industry Co., Ltd.) der Mischung aus den Tonerteilchen 1 und den Feinteilchen B1 hinzugefügt. Nachdem sich die Wassertemperatur im Mantel des FM-Mischers bei 25°C ± 1°C stabilisiert hatte, wurden 0,20 Teile der Feinteilchen A1 und 0,80 Teile der Feinteilchen C1 zu 100 Teilen der Tonerteilchen 1 hinzugefügt. Das Mischen wurde bei einer Umfangsgeschwindigkeit der rotierenden Schaufeln von 20 m/sec begonnen und 5 min lang durchgeführt, wobei die Wassertemperatur und die Strömungsgeschwindigkeit im Mantel so gesteuert wurden, dass die Temperatur im Tank bei 25°C ± 1°C stabilisiert wurde. Nach dem Mischen wurde die Mischung durch ein Sieb mit einer Öffnung von 75 µm) gesiebt, wodurch ein Toner 1 erhalten wurde.

[0256] Tabelle 5-1 und 5-2 zeigen die Herstellungsbedingungen von Toner 1, und Tabelle 6 zeigt verschiedene physikalische Eigenschaften von Toner 1.

[Tabelle 5-1]

Toner Nr.	Tonerteilchen Nr.	Erster Schrit								
		Feinteilchen A		Feinteilchen B		Feinteilchen C		Mischgerät	Mischbedingungen	Temperatur im Tank (°C)
		Nr.	Zugabe-Teile	Nr.	Zugabe-Teile	Nr.	Zugabe-Teile			
1	1	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
2	1	-	-	4	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
3	1	-	-	2	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
4	1	-	-	6	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
5	1	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
6	1	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
7	1	-	-	4	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
8	1	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
9	2	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
10	2	-	-	4	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
11	1	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
12	1	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
13	1	-	-	1	1,00	1	0,80	FM Mischer	38m/sec×7min	50
14	3	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
15	1	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
16	1	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
17	1	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
18	1	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×5min	50
19	1	-	-	4	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×5min	50
20	1	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
21	1	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	45

Toner Nr.	Tonerteilchen Nr.	Erster Schrit								
		Feinteilchen A		Feinteilchen B		Feinteilchen C		Mischgerät	Mischbedingungen	Temperatur im Tank (°C)
		Nr.	Zugabe-Teile	Nr.	Zugabe-Teile	Nr.	Zugabe-Teile			
22	1	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	45
23	1	-	-	4	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	45
24	1	-	-	4	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	45
25	1	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×10mi	50
26	1	-	-	1	0,10	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
27	1	-	-	1	3,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
28	1			3	1,00			FM Mischer	38m/sec×7min	50
29	1	-	-	3	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×2min	50
C. 1	1	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	31m/sec×7min	50
C. 2	1	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
C. 3	1	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
C.4	1	-	-	1	1,00	-	-	FM Mischer	28m/sec×5min	25
C. 5	1	-	-	4	1,00	-	-	FM Mischer	28m/sec×5min	25
C. 6	1	-	-	5	1,00	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
C. 7	1	-	-	1	0,08	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
C. 8	1	-	-	1	3,20	-	-	FM Mischer	38m/sec×7min	50
C.9	1	-	-	2	1,00	1	0,80	FM Mischer	40m/sec×10mi	25
C.10	1	-	-	2	1,00	1	0,80	FM Mischer	40m/sec×10mi	25
C.11	1	-	-	1	0,50	2	0,80	FM Mischer	40m/sec×10mi	25
C. 12	1	1	0,4	4	0,60	2	0,80	FM Mischer	40m/sec×15mi	25

[0257] In der Tabelle bedeutet „C.“ Vergleich.

[Tabelle 5-2]

Toner Nr.	Zweiter Schritt									Dritter Schritt				
	Feinteilchen A		Feinteilchen B		Feinteilchen C		Mischgerät	Mischbedingungen	T. im Tank (°C)	Feinteilchen A		Mischgerät	Mischbedingungen	T.im Tank (°C)
	Nr.	Zugabeteile	Nr.	Zugabeteile	Nr.	Zugabeteile				Nr.	Zugabeteile			
1	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
2	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
3	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
4	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
5	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	15m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
6	1	0,30	-	-	1	0,80	FM Mischer	25m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
7	1	0,30	-	-	1	0,80	FM Mischer	25m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
8	1	0,10	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×3min	25	-	-	-	-	-
9	1	1,80	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
10	1	1,80	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
11	1	0,03	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
12	1	0,20	-	-	2	1,00	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
13	1	0,20	-	-	-	-	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
14	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
15	2	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
16	3	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
17	4	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
18	5	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
19	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
20	6	0,50	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-

Toner Nr.	Zweiter Schritt									Dritter Schritt				
	Feinteilchen A		Feinteilchen B		Feinteilchen C		Mischgerät	Mischbedingungen	T. im Tank (°C)	Feinteilchen A		Mischgerät	Mischbedingungen	T.im Tank (°C)
	Nr.	Zugabeteile	Nr.	Zugabeteile	Nr.	Zugabeteile				Nr.	Zugabeteile			
21	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	25m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
22	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	28m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
23	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	25m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
24	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	28m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
2b	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×3min	25	-	-	-	-	-
26	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
27	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
28	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
29	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
C.1	1	0,20	-	-	1	0,80	F-M Mischer	35m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
C.2	1	1,80	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
C.3	1	0,02	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
C.4	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
C.5	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
C.6	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
C.7	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	25	-	-	-	-	-
C.8	1	0,20	-	-	1	0,80	FM Mischer	20m/sec×5min	2b	-	-	-	-	-
C.9	1	0,50	-	-	-	-	FM Mischer	20m/sec×5min	2b	-	-	-	-	-
C.10	1	0,20	-	-	-	-	FM Mischer	40m/sec×5min	2b	-	-	-	-	-
C.11	6	0,2	1	0,50	-	-	FM Mischer	40m/secx 10min	25	6	0,40	FM Mischer	40m/sec x 10 min	25
C.12	1	0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

[0258] In der Tabelle bedeutet „C.“ Vergleich und „T.“ Temperatur.

Herstellungsbeispiele für Toner 2 bis 29 und Vergleichstoner 1 bis 12

[0259] Toner 2 bis 29 und Vergleichstoner 1 bis 12 wurden auf die gleiche Weise wie im Herstellungsbeispiel von Toner 1 erhalten, mit der Ausnahme, dass die Tonerteilchen, die Anzahl der Teile der im ersten Schritt, im zweiten Schritt und im dritten Schritt zugegebenen Feinteilchen A bis C sowie die in den Tabellen 5-1 und 5-2 angegebenen Mischbedingungen geändert wurden. Tabelle 6 zeigt die physikalischen Eigenschaften.

[Tabelle 6]

Toner Nr.	Menge D (Massen-%)	Bed. verhältnis E %	D/C	E/(D/C)	Menge von Feinteilchen B (Massen-%)	D Index	Einbettungsfläche F von Feinteilchen B (%)	Einbettungsläche von Feinteilchen C (%)	FG %	(100-G) / (100-F)
1	0,20	5,0	0,20	24,8	1,00	0.3	70	20	2,1	3,3
2	0,20	6,0	0,20	29,7	1,00	0.3	69	22	3,0	3,1
3	0,20	4,0	0,20	19,8	1,00	0.3	76	26	2,5	4,1
4	0,20	4,0	0,20	19,8	1,00	0.3	68	24	3,0	3,0
5	0,20	0,7	0,20	3,5	1,00	0.3	70	18	1,0	3,3
6	0,30	14,5	0,30	47,9	1,00	0.3	70	24	9,0	3,0
7	0,30	15,0	0,30	49,5	1,00	0.3	66	26	10,0	2,6
8	0,10	2,0	0,10	19,8	1,00	0.3	70	22	2,8	3,2
9	1,80	38,0	1,50	25,3	1,00	0.3	70	22	3,0	3,2
10	1,80	37,0	1,50	24,7	1,00	0.3	63	22	2,5	2,6
11	0,03	0,5	0,03	16,5	1,00	0.3	70	22	2,8	3,2
12	0,20	5,0	0,20	24,8	1,00	0.3	70	24	3,1	3,2
13	0,20	6,0	0,20	29,7	1,00	0.3	70	56	2,8	3,2
14	0,20	8,0	0,20	40,0	1,00	0.3	60	23	2,9	2,4
15	0,20	6,0	0,20	29,7	1,00	0.3	70	21	1,8	3,3
16	0,20	5,5	0,20	27,2	1,00	0.3	70	21	1,6	3,3
17	0,20	8,0	0,20	39,6	1,00	0.3	70	24	5,2	3,2
18	0,20	9,0	0,20	44,6	1,00	0.2	60	25	9,0	2,3
19	0,20	9,0	0,20	44,6	1,00	0.2	60	24	9,0	2,3
20	0,50	10,0	0,51	19,8	1,00	0.3	70	24	0,8	3,3
21	0,20	9,0	0,20	44,6	1,00	0.2	53	30	10,0	1,9
22	0,20	9,5	0,20	47,0	1,00	0.2	53	35	12,0	1,9
23	0,20	8,5	0,20	42,1	1,00	0.2	51	32	8,0	1,9
24	0,20	9,0	0,20	44,6	1,00	0.2	50	32	9,0	1,8
25	0,20	2,0	0,20	9,9	1,00	0.3	88	36	1,0	8,3
26	0,20	5,0	0,20	24,8	0,10	0.3	85	24	2,6	6,5
27	0,20	4,0	0,20	19,8	3,00	0.3	67	26	2,2	3,0
28	0,20	6,0	0,20	29,7	1,00	0.3	66	16	2,1	2,9
29	0,20	5,5	0,20	27,2	1,00	0.6	72	20	2,8	3,5
C. 1	0,20	11,0	0,20	54,5	1,00	0.3	70	40	15,0	2,8

Toner Nr.	Menge D (Massen-%)	Bed. verhältnis E %	D/C	E/(D/C)	Menge von Feinteilchen B (Massen-%)	D Index	Einbettungsfläche F von Feinteilchen B (%)	Einbettungsläche von Feinteilchen C (%)	FG %	(100-G) / (100-F)
C. 2	1,80	50,0	1,82	27,5	1,00	0.3	67	26	10,0	2,7
C. 3	0,02	1,0	0,02	49,5	1,00	0.3	70	26	10,0	3,0
C. 4	0,20	4,0	0,20	19,8	1,00	0.4	33	26	2,5	1,5
C. 5	0,20	6,0	0,20	29,7	1,00	0.4	27	26	2,5	1,3
C. 6	0,20	4,5	0,20	22,3	1,00	0.3	70	20	2,5	3,3
C. 7	0,20	6,0	0,20	29,7	0,08	0.5	76	20	2,5	4,1
C. 8	0,20	4,5	0,20	22,3	3,20	0.1	57	20	2,5	2,3
C. 9	0,50	8,0	0,51	15,8	1,00	0.4	40	35	2,5	1,6
C. 10	0,20	15,0	0,20	74,3	1,00	0.4	40	35	2,5	1,6
C. 11	0,20	18,0	0,20	89,1	0,50	0.4	43	40	10,0	1,6
C. 12	0,40	20,0	0,40	49,5	0,60	0.5	38	35	20,0	1,3

[0260] In der Tabelle bezeichnet „C.“ Vergleich, bezeichnet „Menge D“ die „Menge D der Feinteilchen A (Massen-%)“, bezeichnet „Bed. Verhältnis E“ das „Bedeckungsverhältnis E der Feinteilchen A (%)“, bezeichnet „D Index“ den „Dispersionsgradindex der Feinteilchen B“ und bezeichnet „FG“ das „Fixierverhältnis G der Feinteilchen A (%)“.

Herstellungsbeispiel von elektrophotographischem lichtempfindlichem Element

[0261] Als Träger (leitfähiger Träger) wurde ein Aluminiumzylinder (JIS A 3003, Aluminiumlegierung) mit einem Durchmesser von 24 mm und einer Länge von 257,5 mm verwendet.

Bildung einer leitfähigen Schicht

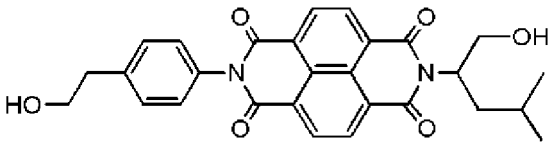
[0262] Dann wurden 214 Teile Titanoxid (TiO_2)-Teilchen (durchschnittlicher Primärteilchendurchmesser 230 nm), die mit sauerstoffarmem Zinnoxid (SnO_2) beschichtet sind, als Metalloxidteilchen, 132 Teile eines Phenolharzes (Monomer/Oligomer von Phenolharz) (Handelsname: PLYOFEN J-325, hergestellt von Dainippon Ink and Chemicals, Inc., Harzfeststofffraktion: 60 Massen-%) als Bindemittelmaterial und 98 Teile 1-Methoxy-2-propanol als Lösungsmittel unter Verwendung von 450 Teilen Glasperlen mit einem Durchmesser von 0,8 mm in eine Sandmühle gegeben und einer Dispersionsbehandlung unter den Bedingungen einer Rotationsgeschwindigkeit: 2000 U/min, einer Dispersionsbehandlungszeit: 4,5 h und einer Kühlwasser-Solltemperatur: 18°C unterzogen, um eine Dispersionsflüssigkeit zu erhalten. Glasperlen wurden aus der Dispersionsflüssigkeit mit einem Sieb (Öffnung: 150 µm) entfernt.

[0263] Der Dispersionsflüssigkeit wurden Silikonharzteilchen (Handelsname: TOSPEARL 120, hergestellt von Momentive Performance Materials Co., Ltd., durchschnittlicher Teilchendurchmesser 2 µm) als Oberflächenaufrauhungsmaterial zugesetzt, um 10 Massen-% davon in Bezug auf die Gesamtmasse der Metalloxidteilchen und des Bindemittelmaterials in der Dispersionsflüssigkeit nach der Entfernung der Glasperlen zu erhalten, und es wurde Silikonöl (Handelsname: SH28PA, hergestellt von Dow Corning Toray Co, Ltd.) als Egalisiermittel der Dispersionsflüssigkeit zugesetzt, um 0,01 Massen-% davon in Bezug auf die Gesamtmasse der Metalloxidteilchen und des Bindemittelmaterials in der Dispersionsflüssigkeit zu erhalten.

[0264] Als nächstes wurde der Dispersionsflüssigkeit ein Lösungsmittelgemisch aus Methanol und 1-Methoxy-2-propanol (Massenverhältnis 1 : 1) zugegeben, so dass die Gesamtmasse der Metalloxidteilchen, des Bindemittels und des Oberflächenaufrauhmaterials (d.h. die Masse der Feststofffraktion) in der Dispersionsflüssigkeit 67 Massen-% in Bezug auf die Masse der Dispersionsflüssigkeit betrug, und es wurde gerührt, um eine leitfähige Schicht-Beschichtungsflüssigkeit herzustellen. Diese leitfähige Schicht-Beschichtungsflüssigkeit wurde auf einen Träger tauchbeschichtet und 30 Minuten lang bei 150°C erhitzt, um eine leitfähige Schicht mit einer Dicke von 30,0 µm zu bilden.

Bildung von Grundierungsschicht

[0265] Insgesamt 4 Teile Elektronentransportmaterial (E), 5,5 Teile blockiertes Isocyanat (Handelsname: DURANATE SBN-70D, hergestellt von Asahi Kasei Chemicals Corporation), 0,3 Teile Polyvinylbutyralharz (S-LEC KS-5Z, hergestellt von Sekisui Chemical Co, Ltd.) und 0,05 Teile Zink(II)hexanoat (hergestellt von Mitsui Chemicals, Inc.) als Katalysator wurden in einem Lösungsmittelgemisch aus 50 Teilen Tetrahydrofuran und 50 Teilen 1-Methoxy-2-propanol gelöst, um eine Grundierungsschicht-Beschichtungsflüssigkeit herzustellen. Diese Grundierungsschicht-Beschichtungsflüssigkeit wurde auf die leitfähige Schicht tauchbeschichtet und 30 Minuten lang bei 170°C erhitzt, um eine Grundierungsschicht mit einer Dicke von 0,7 µm zu bilden.



(E)

Bildung von Ladungserzeugungsschicht

[0266] Als nächstes wurden 10 Teile kristallines Hydroxygalliumphthalocyanin mit Peaks bei 7,5° und 28,4° in einem Diagramm, das aus der CuKacharakteristischen Röntgenbeugung erhalten wurde, und 5 Teile eines Polyvinylbutyralharzes (Handelsname: S-LEC BX-1, hergestellt von Sekisui Chemical Co., Ltd.) zu 200 Teilen Cyclohexanon hinzugefügt und für 6 h in einer Sandmühle unter Verwendung von Glasperlen mit einem Durchmesser von 0,9 mm dispergiert. Dazu wurden 150 Teile Cyclohexanon und 350 Teile Ethylacetat zur Verdünnung hinzugefügt, um eine Beschichtungslösung für eine Ladungserzeugungsschicht zu erhalten.

[0267] Die erhaltene Beschichtungslösung wurde auf die Grundierungsschicht tauchbeschichtet und bei 95°C für 10 min getrocknet, um eine Ladungserzeugungsschicht mit einer Dicke von 0,20 µm zu bilden. Die Röntgenbeugungsmessung wurde unter den folgenden Bedingungen durchgeführt.

Pulver-Röntgenbeugungsmessung

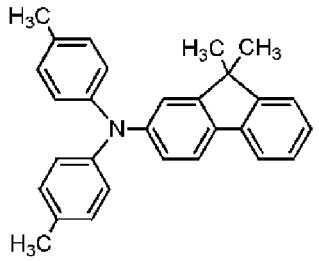
[0268]
Messgerät: Röntgendiffraktometer RINT-TTRII, hergestellt von Rigaku Denki Co., Ltd.
Röntgenröhre: Cu
Röhrenspannung: 50 KV
Röhrenstrom: 300 mA
Scan-Methode: 2θ/θ Scan
Scan-Geschwindigkeit: 4,0°/min
Probenahme-Intervall: 0,02°
Startwinkel (2θ): 5,0°
Stopwinkel (2θ): 40,0°
Zubehör: Standard-Probenhalter
Filter: nicht verwendet
Einfall-Monochrom: verwendet
Gegenmonochromator: nicht verwendet
Divergenzschlitz: offen
Divergenter vertikaler Begrenzungsschlitz: 10,00 mm
Streuschlitz: offen
Lichtempfangsschlitz: offen
Plattenmonochromator: verwendet
Zähler: Szintillationszähler

Bildung von Ladungstransportschicht

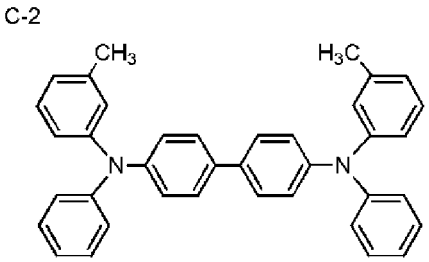
[0269] Dann wurden 6 Teile einer Verbindung, die durch die nachstehende Formel (C-1) dargestellt wird (Ladungstransportsubstanz (Loch-transportierende Verbindung)), 3 Teile einer Verbindung, die durch die nachstehende Formel (C-2) dargestellt wird (Ladungstransportsubstanz (Loch-transportierende Verbindung)), 1 Teil einer Verbindung, die durch die nachstehende Formel (C-3) dargestellt wird (Ladungstransportsubstanz (Loch-transportierende Verbindung)), 10 Teile eines Polycarbonats (Handelsname: Iupilon Z400, hergestellt von Mi-

tsubishi Engineering-Plastics Corporation), und 0,02 Teile eines Polycarbonatharzes mit einer copolymerisierten Einheit von (C-4) und (C-5) (x/y = 9/1 : Mw = 20000) in einem Lösungsmittelgemisch, das 25 Teile o-Xylol, 25 Teile Methylbenzoat und 25 Teile Dimethoxymethan enthält, gelöst, um eine Beschichtungslösung für eine Ladungstransportschicht anzufertigen. Diese Beschichtungslösung für eine Ladungstransportschicht wurde auf die Ladungserzeugungsschicht tauchbeschichtet, um einen Beschichtungsfilm zu bilden, und der Beschichtungsfilm wurde bei 120°C für 30 min getrocknet, um eine Ladungstransportschicht mit einer Dicke von 12 µm zu bilden.

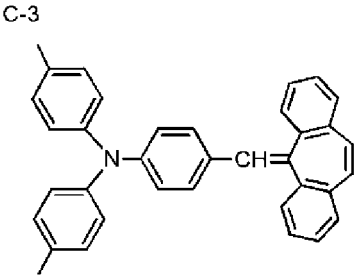
C-1



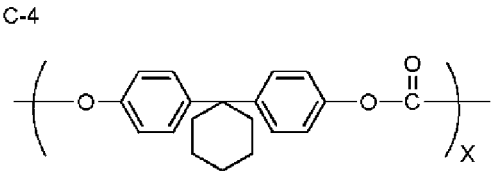
C-2



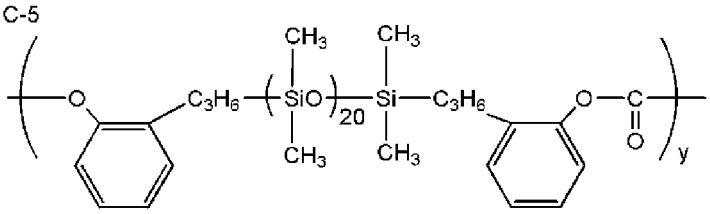
C-3



C-4



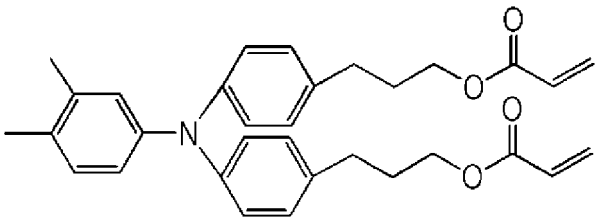
C-5



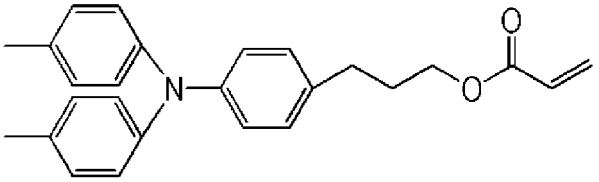
Bildung von Schutzschicht

[0270] Anschließend wurden 10 Teile der Verbindung, die durch die folgende Formel (O-1) dargestellt wird, und 10 Teile der Verbindung, die durch die folgende Formel (O-2) dargestellt wird, mit 50 Teilen 1-Propanol und 25 Teilen 1,1,2,2,3,3,4-Heptafluorcyclopentan (Handelsname: ZEOROLA H, hergestellt von Nippon Zeon Co., Ltd.) gemischt und gerührt.

[0271] Danach wurde diese Lösung durch einen Polyflonfilter (Handelsname: PF-020, hergestellt von Advantec Toyo Kaisha, Ltd.) gefiltert, um eine Beschichtungslösung für eine Schutzschicht anzufertigen.



(O-1)



(O-2)

[0272] Diese Schutzschicht-Beschichtungslösung wurde auf die Ladungstransportschicht tauchbeschichtet, um einen Beschichtungsfilm zu bilden, und der erhaltene Beschichtungsfilm wurde 6 Minuten lang bei 50°C getrocknet. Danach wurde der Beschichtungsfilm mit einem Elektronenstrahl für 5,0 Sekunden in einer Stickstoffatmosphäre bestrahlt, während der Träger (Bestrahlungsziel) bei einer Geschwindigkeit von 200 U/min unter den Bedingungen einer Beschleunigungsspannung von 70 kV und einem Strahlstrom von 5,0 mA gedreht wurde. Die zu diesem Zeitpunkt gemessene Energiedosis des Elektronenstrahls betrug 15 kGy.

[0273] Danach wurde die Temperatur des Beschichtungsfilms über 30 Sekunden in einer Stickstoffatmosphäre von 25°C auf 117°C erhöht, um den Beschichtungsfilm zu erhitzen. Die Sauerstoffkonzentration von der Elektronenstrahlbestrahlung bis zur anschließenden Wärmebehandlung betrug 15 ppm oder weniger. Als nächstes wurde der Beschichtungsfilm in der Atmosphäre natürlich abgekühlt, bis die Temperatur des Beschichtungsfilms 25°C erreichte, danach wurde er 30 min lang unter der Bedingung erhitzt, dass die Temperatur des Beschichtungsfilms 105°C erreichte, wodurch eine Schutzschicht mit einer Dicke von 3 µm gebildet wurde. Dadurch wurde ein elektrophotographisches lichtempfindliches Element mit einer Schutzschicht hergestellt.

[0274] Dadurch wurde ein zylindrisches (trommelförmiges) elektrophotographisches lichtempfindliches Element 1 mit dem Träger, der Grundierungsschicht, der Ladungserzeugungsschicht, der Ladungstransportschicht und der Schutzschicht in dieser Reihenfolge hergestellt.

Beispiel 1

[0275] Es wurde eine modifizierte Version eines kommerziell erhältlichen Laserstrahldruckers LBP9950Ci von Canon Inc. verwendet. Die Modifikation beinhaltete die Einstellung der Rotationsgeschwindigkeit der Entwicklungswalze auf das Doppelte der Umfangsgeschwindigkeit der Walze durch Veränderung des Getriebes und der Software eines Bewertungsgerätehauptkörpers sowie die Veränderung der Prozessgeschwindigkeit auf 330 mm/sec. Der in der Tonerkartusche LBP9950Ci enthaltene Toner wurde extrahiert, das Innere der Kartusche mit einem Luftstoß gereinigt und dann 180 g des zu bewertenden Toners geladen.

[0276] Das elektrophotographische, lichtempfindliche Element wurde entfernt und das elektrophotographische, lichtempfindliche Element 1 wurde neu eingestellt. Infolge der Verwendung eines harten lichtempfindlichen Elements mit einer gehärteten Oberflächenschutzschicht wurden die Stickoxide weniger wahrscheinlich abgeschabt, und es wurde ein harscher Zustand für das Bildverschmieren erreicht. Dann wurde die Tonerkartusche 5 Tage lang in einer Umgebung mit niedriger Temperatur und niedriger Luftfeuchtigkeit von L/L (10°C/15% RH) und einer Umgebung mit hoher Temperatur und hoher Luftfeuchtigkeit H/H (30°C/80% RH) stehen gelassen.

[0277] Die Tonerkartusche, die 5 Tage in der L/L-Umgebung mit niedriger Temperatur und niedriger Luftfeuchtigkeit stehen konnte, wurde an die Cyan-Station des LBP9950Ci angeschlossen, bis zu 20000 Ausdrucke eines Bildes mit einem Druckprozentsatz von 1,0% wurden ausgedruckt, und der Rücktransfer (nach Haltbarkeit), die Entwicklungsstreifen und die Bilddichtegleichmäßigkeit (L/L) der initialen und der 20000sten Ausgabe wurden bewertet.

Bewertung von Rücktransfer

[0278] Beim Initialzustand und nach dem 20000sten Druck wurde eine Kartusche, die keinen Toner enthält, in die Schwarz-Station eingesetzt und eine mit dem zu bewertenden Toner gefüllte Kartusche wurde in die Cyan-Station eingesetzt. Dann wurde die Entwicklungsspannung so eingestellt, dass das Tonerauftragungsniveau 0,6 mg/cm^2 betrug, und es wurde ein Volltonbild ausgegeben.

[0279] Als nächstes wurde der Toner, der zum lichtempfindliche Element von der Kartusche des Schwarztoners rücktransferiert wurde, mit einem Mylar-Klebeband entfernt. Danach wurden das Klebeband und ein Klebeband, das nicht angeklebt wurde, auf XEROX 4200-Papier im LETTER-Format (hergestellt von der XEROX Corporation, 75 g/m^2) befestigt. Der Reflexionsgrad (%) jedes Bandes wurde mit dem „REFLECTOMETER MODEL TC-6DS“ (hergestellt von Tokyo Denshoku Co., Ltd.) gemessen.

[0280] Dann wurde die Bewertung mit einem numerischen Wert (Rücktransfer) (%) durchgeführt, der durch Subtraktion des Reflexionsgrades (%) des Bandes, das angeklebt wurde, vom Reflexionsgrad (%) des Bandes, das nicht angeklebt wurde, ermittelt wurde. Je kleiner der Wert des Rücktransfers ist, desto mehr Rücktransfer wird unterdrückt. C und höher wurden als zufriedenstellend bestimmt.

A: Der Rücktransfer beträgt weniger als 2,0%.

B: Der Rücktransfer beträgt 2,0% oder mehr und weniger als 5,0%.

C: Der Rücktransfer beträgt 5,0% oder mehr und weniger als 10,0%.

D: Der Rücktransfer beträgt 10,0% oder mehr.

Bewertung von Entwicklungsstreifen

[0281] Nach dem Druck von 20000 Drucken wurde ein Halbtonbild gedruckt. Das gedruckte Halbtonbild wurde nach folgenden Kriterien bewertet. B und höher wurden als zufriedenstellend bewertet.

A: Die Anzahl an Streifen auf dem Halbtonbild beträgt 0 oder 1.

B: Die Anzahl an Streifen auf dem Halbtonbild beträgt 2 bis 4.

C: Die Anzahl an Streifen auf dem Halbtonbild beträgt 5 oder mehr.

Bewertung der Bilddichtegleichmäßigkeit

[0282] Die Bewertung der Bilddichtegleichmäßigkeit wurde in einer Umgebung mit niedriger Temperatur und niedriger Luftfeuchtigkeit (Temperatur: 15,0°C, relative Luftfeuchtigkeit: 10%) durchgeführt, von der angenommen wird, dass sie im Hinblick auf den Rücktransfer harscher ist, da der Effekt des Rücktransfers signifikant ist. Für die Bewertung wurde FOX RIVER BOND-Papier (110 g/m^2), das ein raues Papier ist, verwendet.

[0283] Bei der Bewertung der Bilddichte wurde ein Bild mit einem oberen Rand von 5 mm und einem linken und rechten Rand von 5 mm sowie ein schwarzes Patch-Volltonbild von 5 mm × 5 mm an insgesamt 9 Stellen: 3 Stellen im Abstand von 30 mm an 3 Stellen (links, rechts und in der Mitte) wurden nach dem Druck des ersten und des 20000sten Drucks des Langzeithaltbarkeitstests ausgegeben.

[0284] Die Bilddichten von neun schwarzen Patch-Volltonabschnitten des Bildes wurden gemessen, und die Differenz zwischen dem Maximalwert und dem Minimalwert aller Dichten wurde ermittelt. Die Bilddichte wurde mit einem Macbeth-Densitometer (hergestellt von MACBETH) unter Verwendung eines SPI-Filters gemessen. Je kleiner die numerische Differenz zwischen dem Maximalwert und dem Minimalwert ist, desto besser ist die Bilddichtegleichmäßigkeit. B und darüber wurden als zufriedenstellend bestimmt.

A: Die Differenz zwischen dem Maximalwert und dem Minimalwert der Bilddichte beträgt 0,05 oder weniger.

B: Die Differenz zwischen dem Maximalwert und dem Minimalwert der Bilddichte beträgt zwischen 0,06 und 0,10.

C: Die Differenz zwischen dem Maximalwert und dem Minimalwert der Bilddichte beträgt 0,11 oder mehr.

Bewertung von Bildverschmieren

[0285] Die Tonerkartusche, die 5 Tage lang in einer Umgebung mit hoher Temperatur und hoher Luftfeuchtigkeit stand, wurde an der Cyan-Station des LBP9500C befestigt, und ein A4-Bild einer1-Punkt-2-Leerraum horizontalen Netzlinie wurde intermittierend 20000 Mal in einem Haltbarkeitsmodus gedruckt.

[0286] Danach durfte die Kartusche 72 Stunden lang in einer H/H-Umgebung stehen, und es wurde ein A4-Bild einer 1-Punkt-2-Leerraum horizontalen Netzlinie ausgegeben. Die Linienbreitenreduzierung (%) des Bildes nach 72 Stunden Standzeit gegenüber dem Bild vor den 72 Stunden Standzeit wurde anhand der folgenden Kriterien bewertet. Die Dicke der Netzlinie eines Bildes ist ein Durchschnittswert aus mehreren Dicken der Netzlinien in einem Bild. Die Linienbreitenreduzierung (%) wird nach der folgenden Formel berechnet. C und höher wurden als zufriedenstellend bestimmt.

$$\text{Linienbreitenreduierung}(\%) = \{[(\text{Dicke der Netzlinie des Bildes, bevor das Bild stehen gelassen wurde}) - (\text{Dicke der Netzlinie des Bildes, nachdern das Bild stehen gelassen wurde})] / (\text{Dicke der Netzlinie des Bildes, bevor das Bild stehen gelassen wurde})\} \times 100$$

A: Die Linienbreitenreduzierung beträgt weniger als 10%.

B: Die Linienbreitenreduzierung beträgt 10% oder mehr und weniger als 25%.

C: Die Linienbreitenreduzierung beträgt zumindest 25% und weniger als 40%.

D: Die Reduzierung der Linienbreite beträgt 40% oder mehr.

[Tabelle 7]

Toner Nr.	Hochtemperatur, Hochfeuchtigkeits-Umgebung		Niedrigtemperatur, Niedrigfeuchtigkeits-Umgebung								
	Bildverschmieren		Rückstransfer				Dichtegleichmäßigkeit				Entwicklungsstreifen
	20000. Druck		Erster Druck		20000. Druck		Erster Druck		20000. Druck		20000. Druck
1	A	4	A	0,0	A	0,4	A	0,01	A	0,03	A
2	A	4	A	0,0	A	0,5	A	0,02	A	0,05	A
3	A	6	A	0,5	B	4,9	A	0,02	A	0,04	A
4	A	6	A	0,5	B	4,0	A	0,02	A	0,04	A
5	A	4	A	0,0	A	0,3	A	0,03	A	0,05	A
6	A	5	A	0,3	B	3,0	A	0,02	A	0,03	A
7	A	5	A	0,3	B	2,8	A	0,02	A	0,04	A
8	B	21	A	0,0	A	0,3	A	0,02	A	0,04	A
9	A	2	A	0,4	C	5,5	A	0,02	A	0,05	A
10	A	2	A	0,4	C	5,1	A	0,02	A	0,05	A
11	C	32	A	0,1	A	0,6	A	0,02	A	0,05	A
12	A	6	A	0,5	B	3,0	A	0,03	B	0,10	A
13	A	8	A	0,8	B	3,5	A	0,05	B	0,10	A
14	B	14	A	0,5	B	4,0	A	0,03	A	0,05	A
15	A	6	A	0,7	B	4,2	A	0,02	A	0,04	A
16	A	7	A	0,7	B	4,5	A	0,03	A	0,04	A

Toner Nr.	Hochtemperatur, Hochfeuchtigkeits-Umgebung		Niedrigtemperatur, Niedrigfeuchtigkeits-Umgebung								
	Bildverschmieren		Rückstransfer				Dichtegleichmäßigkeit				Entwicklungsstreifen
	20000. Druck		Erster Druck		20000. Druck		Erster Druck		20000. Druck		20000. Druck
17	B	22	A	0,5	C	6,0	A	0,02	A	0,05	A
18	B	24	A	0,6	C	7,0	A	0,02	A	0,04	A
19	B	23	A	0,6	C	7,0	A	0,02	A	0,04	A
20	A	8	A	0,5	B	2,5	A	0,02	A	0,05	B
21	B	15	A	0,5	C	7,0	A	0,03	A	0,05	B
22	B	18	A	0,5	C	7,5	A	0,02	A	0,04	B
23	B	15	A	0,5	C	7,0	A	0,02	A	0,05	B
24	B	18	A	0,5	C	7,5	A	0,02	A	0,05	B
25	B	20	A	0,5	C	6,5	A	0,02	A	0,04	B
26	A	7	A	0,9	C	8,0	A	0,03	B	0,06	A
27	A	6	A	0,3	B	2,5	A	0,02	A	0,04	A
28	A	5	A	0,7	C	8,0	A	0,03	A	0,05	A
29	A	9	A	0,7	C	9,0	A	0,02	A	0,04	A
C. 1	C	30	A	1,0	D	11,0	A	0,03	B	0,09	A
C. 2	A	7	B	2,0	D	11,0	A	0,03	B	0,07	B
C. 3	D	43	A	0,0	A	0,7	A	0,03	A	0,04	A
C. 4	B	21	B	3,0	D	12,0	A	0,03	B	0,08	C
C. 5	B	22	B	4,0	D	13,0	A	0,03	B	0,07	C
C. 6	B	23	B	4,0	D	18,0	A	0,04	B	0,08	A
C. 7	B	10	B	4,0	D	19,0	A	0,05	C	0,13	A
C. 8	B	10	C	5,0	D	25,0	A	0,03	A	0,04	A
C. 9	B	24	B	3,0	D	16,0	A	0,03	B	0,07	C
C. 10	D	42	B	3,0	D	17,0	A	0,03	B	0,08	C
C. 11	D	41	B	2,0	D	18,0	A	0,04	B	0,08	C
C. 12	C	38	B	3,0	D	19,0	A	0,05	C	0,11	C

In der Tabelle bezeichnet „C.“ Vergleich.

Beispiele 2 bis 29, Vergleichende Beispiele 1 bis 12

[0287] Die Bewertung wurde auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 durchgeführt. Tabelle 7 zeigt die Bewertungsergebnisse.

[0288] Während die vorliegende Erfindung mit Bezug auf beispielhafte Ausführungsformen beschrieben wurde, ist zu verstehen, dass die Erfindung nicht auf die offenbarten beispielhaften Ausführungsformen beschränkt ist. Der Geltungsbereich der folgenden Ansprüche ist so weit auszulegen, dass er alle derartigen Modifikationen und äquivalenten Strukturen und Funktionen umfasst.

[0289] Toner, der ein Tonerteilchen beinhaltet, das ein Bindemittelharz beinhaltet, wobei Feinteilchen A und B auf einer Oberfläche des Tonerteilchens vorhanden sind; die Feinteilchen A ein Fettsäuremetallsalz sind; die Feinteilchen B einen spezifischen Durchgangswiderstand aufweisen; eine durchschnittliche theoretische Oberfläche des Tonerteilchens, eine Menge der Feinteilchen A und ein Bedeckungsverhältnis der Tonerteilchenoberfläche durch die Feinteilchen A eine spezifische Beziehung erfüllen; die Menge der Feinteilchen B in einem spezifischen Bereich liegt; und der Anteil F einer Fläche, die von einem Teil der in einem oberflächennahen Bereich des Toners eingebetteten Feinteilchen B eingenommen wird, an einer Gesamtfläche, die von den in einem Querschnitt eines Tonerteilchens vorhandenen Feinteilchen B eingenommen wird, 50 Flächen-% oder mehr beträgt.

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- JP 2017116849 [0011, 0015]
- JP 2013164477 [0012]
- JP 2010176068 [0013]
- JP 2009003083 [0014]

Patentansprüche

1. Toner, der ein Tonerteilchen umfasst, das ein Bindemittelharz beinhaltet, wobei
Feinteilchen A und Feinteilchen B auf einer Oberfläche des Tonerteilchens vorhanden sind;
die Feinteilchen A ein Fettsäuremetallsalz sind;
die Feinteilchen B einen spezifischen Durchgangswiderstand von 5,0 × 10 Ωm bis 1,0 × 10^8 Ωm aufweisen;
wenn,
eine durchschnittliche theoretische Oberfläche, die aus einem zahlengemittelten Teilchendurchmesser, der Teilchengrößenverteilung und der wahren Dichte des Tonerteilchens, gemessen mit einem Coulter-Zähler, erhalten wird, mit C (m^2/g) bezeichnet wird,
eine Menge der Feinteilchen A in Bezug auf 100 Massenteile des Tonerteilchens mit D (Massenteile) bezeichnet wird, und
ein Bedeckungsverhältnis einer Oberfläche des Tonerteilchens durch die Feinteilchen A mit E (%) bezeichnet wird,
die unteren Formeln (1) und (2) erfüllt sind:

$$0{,}03 \leq D/C \leq 1{,}50 \qquad (1),$$

$$E/(D/C) \leq 50{,}0 \qquad (2);$$

eine Menge der Feinteilchen B von 0,10 Massenteilen bis 3,00 Massenteilen, bezogen auf 100 Massenteile des Tonerteilchens, beträgt; und
bei einer Betrachtung eines Querschnitts des Toners mit einem Transmissionselektronenmikroskop ein Anteil F einer Fläche, die von einem Teil der Feinteilchen B eingenommen wird, in der eine Länge eines Abschnitts von jedem Feinteilchen B in Kontakt mit dem Tonerteilchen 50% oder mehr einer Umfangslänge von jedem der Feinteilchen B beträgt, und der sich in einem oberflächennahen Bereich von einer Kontur eines Querschnitts von einem Tonerteilchen bis 30 nm nach Innen in Richtung eines Schwerpunktes des Querschnitts zeigt, in einer Gesamtfläche, die von den im Querschnitt eines Tonerteilchens vorhandenen Feinteilchen B eingenommen wird, 50 Flächen-% oder mehr beträgt.

2. Toner nach Anspruch 1, wobei
wenn ein Fixierverhältnis der Feinteilchen A zum Tonerteilchen mit G (%) bezeichnet wird,
eine Beziehung zwischen G und dem Anteil F der Fläche der folgenden Formel (3) erfüllt:

$$2{,}0 \leq (100 - G)/(100 - F) \leq 8{,}0 \qquad (3).$$

3. Toner nach Anspruch 1 oder 2, wobei die Feinteilchen B einen Dispersionsgradbewertungsindex auf einer Oberfläche des Toners von 0,4 oder weniger aufweisen.

4. Toner nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei
Feinteilchen C auf der Oberfläche des Tonerteilchens vorhanden sind;
die Feinteilchen C Siliciumdioxidfeinteilchen sind; und
bei der Betrachtung des Querschnitts des Toners mit einem Transmissionselektronenmikroskop ein Anteil F einer Fläche, die von einem Teil der Feinteilchen C eingenommen wird, in der eine Länge eines Abschnitts von jedem Feinteilchen B in Kontakt mit dem Tonerteilchen 50% oder mehr einer Umfangslänge von jedem der Feinteilchen C beträgt, und der sich in dem oberflächennahen Bereich von der Kontur des Querschnitts von einem Tonerteilchen bis 30 nm nach Innen in Richtung des Schwerpunktes des Querschnitts zeigt, in einer Gesamtfläche, die von den im Querschnitt eines Tonerteilchens vorhandenen Feinteilchen C eingenommen wird, 40 Flächen-% oder mehr beträgt.

5. Toner nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die Feinteilchen A einen mittleren Durchmesser auf Volumenbasis von 0,15 µm bis 3,00 µm aufweisen.

6. Toner nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei die Feinteilchen A ein Fettsäuremetallsalz eines zweiwertigen oder höherwertigen Metalls und einer Fettsäure mit von 8 bis 28 Kohlenstoffatomen sind.

7. Toner nach Anspruch 6, bei dem das zweiwertige oder höherwertige Metall Zink beinhaltet.

8. Toner nach einem der Ansprüche 1 bis 7, wobei der zahlengemittelte Teilchendurchmesser der Primärteilchen der Feinteilchen B von 5 nm bis 50 nm beträgt.

9. Toner nach einem der Ansprüche 1 bis 8, wobei das Tonerteilchen ein Esterwachs mit einem Schmelzpunkt von 60°C bis 90°C beinhaltet.

10. Toner nach einem der Ansprüche 1 bis 9, wobei
Feinteilchen C auf der Oberfläche des Tonerteilchens vorhanden sind; und
die Feinteilchen C Siliciumdioxidfeinteilchen mit einem zahlengemittelten Teilchendurchmesser der Primärteilchen von 5 nm bis 50 nm sind.

11. Toner nach einem der Ansprüche 1 bis 10, wobei die Feinteilchen B zumindest eine Art von Teilchen ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Titanoxidfeinteilchen und Strontiumtitanatfeinteilchen sind.

Es folgen keine Zeichnungen

 Das Dokument wurde durch die Firma Jouve erstellt.