(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110609455 A
(43)申请公布日 2019.12.24

(21)申请号 201811274599.2

(22)申请日 2018.10.30

(30)优先权数据
2018-114576 2018.06.15 JP

(71)申请人 富士施乐株式会社
地址 日本东京都

(72)发明人 山田涉 中村隆宏 须田信吾

(74)专利代理机构 北京三友知识产权代理有限公司 11127
代理人 解延雷 庞东成

(51)Int.Cl.
G03G 5/047(2006.01)
G03G 5/05(2006.01)
G03G 5/147(2006.01)
G03G 21/18(2006.01)

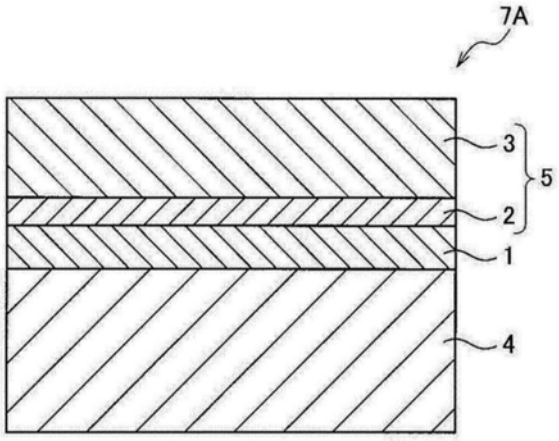
权利要求书2页 说明书26页 附图2页

(54)发明名称

聚四氟乙烯颗粒、组合物、层状材料、电子照相感光体、处理盒和图像形成装置

(57)摘要

本发明涉及聚四氟乙烯颗粒、组合物、层状材料、电子照相感光体、处理盒和图像形成装置。所述聚四氟乙烯颗粒是分散剂附着的聚四氟乙烯颗粒，其表面上附着有具有氟原子的分散剂，相对于聚四氟乙烯颗粒，全氟辛酸的含量为0ppb至25ppb；所述组合物含有聚四氟乙烯颗粒和具有氟原子的分散剂，其中，相对于聚四氟乙烯颗粒，全氟辛酸的含量为0ppb至25ppb。



CN 110609455 A

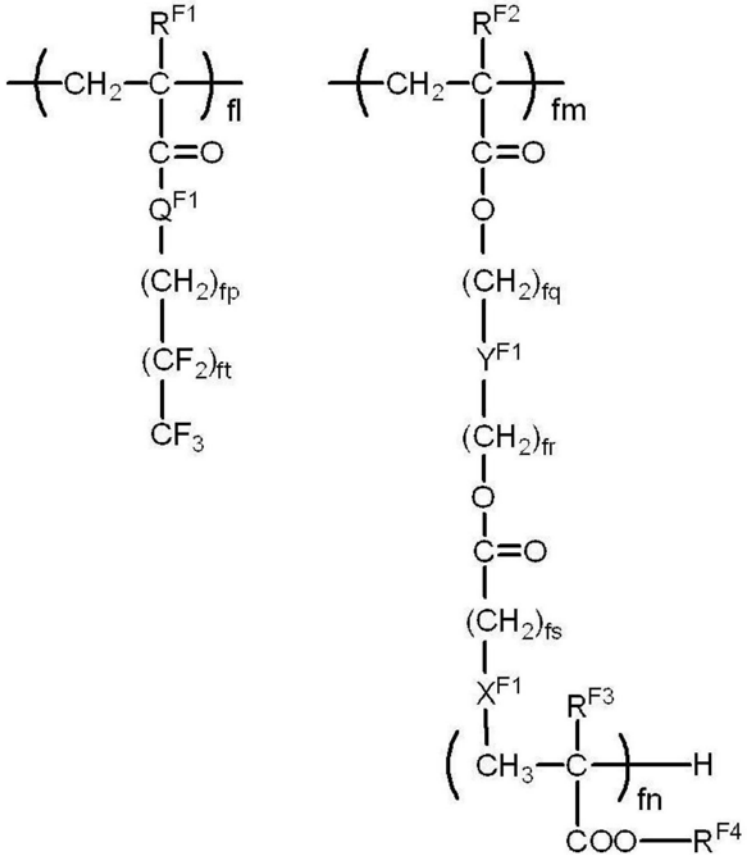
1.一种分散剂附着的聚四氟乙烯颗粒，在其表面上附着有具有氟原子的分散剂，其中，相对于所述聚四氟乙烯颗粒，全氟辛酸的含量为0ppb至25ppb。

2.如权利要求1所述的分散剂附着的聚四氟乙烯颗粒，其平均粒径为0.2μm至4.5μm。

3.如权利要求1或2所述的分散剂附着的聚四氟乙烯颗粒，其中，所述具有氟原子的分散剂是通过具有氟化烷基的聚合性化合物的均聚或共聚获得的聚合物。

4.如权利要求3所述的分散剂附着的聚四氟乙烯颗粒，其中，通过具有氟化烷基的聚合性化合物的均聚或共聚获得的所述聚合物是具有下式(FA)表示的结构单元的含氟化烷基的聚合物，或者是具有下式(FA)表示的结构单元和下式(FB)表示的结构单元的含氟化烷基的聚合物：

（FA）　　（FB）



其中，在所述式(FA)和(FB)中，R^{F1}、R^{F2}、R^{F3}和R^{F4}各自独立地表示氢原子或烷基；X^{F1}表示亚烷基链、卤素取代的亚烷基链、-S-、-O-、-NH-或单键；Y^{F1}表示亚烷基链、卤素取代的亚烷基链、$-C_{fx}H_{2fx-1}(OH)$)-或单键；Q^{F1}表示-O-或-NH-；fl、fm和fn各自独立地表示1以上的整数；fp、fq、fr和fs各自独立地表示0或1以上的整数；ft表示1至7的整数；fx表示1以上的整数。

5.如权利要求1至4中任一项所述的分散剂附着的聚四氟乙烯颗粒，其中，相对于所述聚四氟乙烯颗粒，所述具有氟原子的分散剂的含量为0.5重量％至10重量％。

6.如权利要求5所述的分散剂附着的聚四氟乙烯颗粒，其中，相对于所述聚四氟乙烯颗粒，所述具有氟原子的分散剂的含量为1重量％至7重量％。

7.一种组合物，其包含聚四氟乙烯颗粒和具有氟原子的分散剂，其中，相对于所述聚四氟乙烯颗粒，全氟辛酸的含量为0ppb至25ppb。

8.如权利要求7所述的组合物，其中，所述聚四氟乙烯颗粒的平均粒径为0.2μm至4.5μm。

9.如权利要求7或8所述的组合物，其为液态或固态。

10.一种层状材料，其包含聚四氟乙烯颗粒和具有氟原子的分散剂，其中，相对于所述聚四氟乙烯颗粒，全氟辛酸的含量为0ppb至25ppb。

11.如权利要求10所述的层状材料，其中，所述聚四氟乙烯颗粒的平均粒径为0.2μm至4.5μm。

12.一种电子照相感光体，其包括导电性基材和感光层，其中，所述电子照相感光体的最外表面层是包含权利要求10或11所述的层状材料的层。

13.一种处理盒，其包括权利要求12所述的电子照相感光体，其中，所述处理盒可拆卸地安装至图像形成装置。

14.一种图像形成装置，其包括：权利要求12所述的电子照相感光体，对所述电子照相感光体的表面充电的充电单元，在所述电子照相感光体的充电表面上形成静电潜像的静电潜像形成单元，使用含有色调剂的显影剂将在所述电子照相感光体的所述表面上形成的所述静电潜像显影以形成色调剂图像的显影单元，和将所述色调剂图像转印至记录介质的表面的转印单元。

聚四氟乙烯颗粒、组合物、层状材料、电子照相感光体、处理盒和图像形成装置

技术领域

[0001] 本发明涉及分散剂附着的聚四氟乙烯颗粒、组合物、层状材料、电子照相感光体、处理盒和图像形成装置。

背景技术

[0002] 聚四氟乙烯颗粒广泛用作例如润滑剂。

[0003] 例如，在JP-A-2009-104145(本文所用的术语“JP-A”意指“未审查的日本专利申请公报”)中，公开了一种电子照相感光体，在其感光层中含有含氟原子的树脂颗粒。此外，在JP-A-2009-104145中，公开了聚四氟乙烯颗粒作为含氟原子的树脂颗粒。

[0004] 另一方面，在JP-A-2017-90566中，公开了一种电子照相感光体，其设置有含表面活性剂和粘合剂树脂的感光层，其中相对于100.00重量份的粘合剂树脂，表面活性剂的量为0.10重量份至3.00重量份，表面活性剂的疏水性基团是全氟烷基，并且表面活性剂具有非离子性质。

发明内容

[0005] 聚四氟乙烯颗粒通过与诸如分散介质或粉末等组分混合而与具有氟原子的分散剂(在下文中还称为“含氟分散剂”)一起使用。然而，当混合组分的状态发生变化(例如，分散介质蒸发或粉末熔化)时，聚四氟乙烯颗粒的分散性趋于降低。

[0006] 因此，本发明提供了一种分散剂附着的聚四氟乙烯颗粒，相比于全氟辛酸(在下文中还称为“PFOA”)相对于聚四氟乙烯颗粒(在下文中还称为“PTFE颗粒”)的含量超过25ppb的情况，即使混合组分的状态变化，分散剂附着的聚四氟乙烯颗粒也具有分散状态的高保持性。

[0007] <1>

[0008] 根据本发明的一个方面，提供了一种分散剂附着的聚四氟乙烯颗粒，在其表面上附着有具有氟原子的分散剂，其中，相对于所述聚四氟乙烯颗粒，全氟辛酸的含量为0ppb至25ppb。

[0009] <2>

[0010] 如<1>所述的分散剂附着的聚四氟乙烯颗粒，其平均粒径为0.2μm至4.5μm。

[0011] <3>

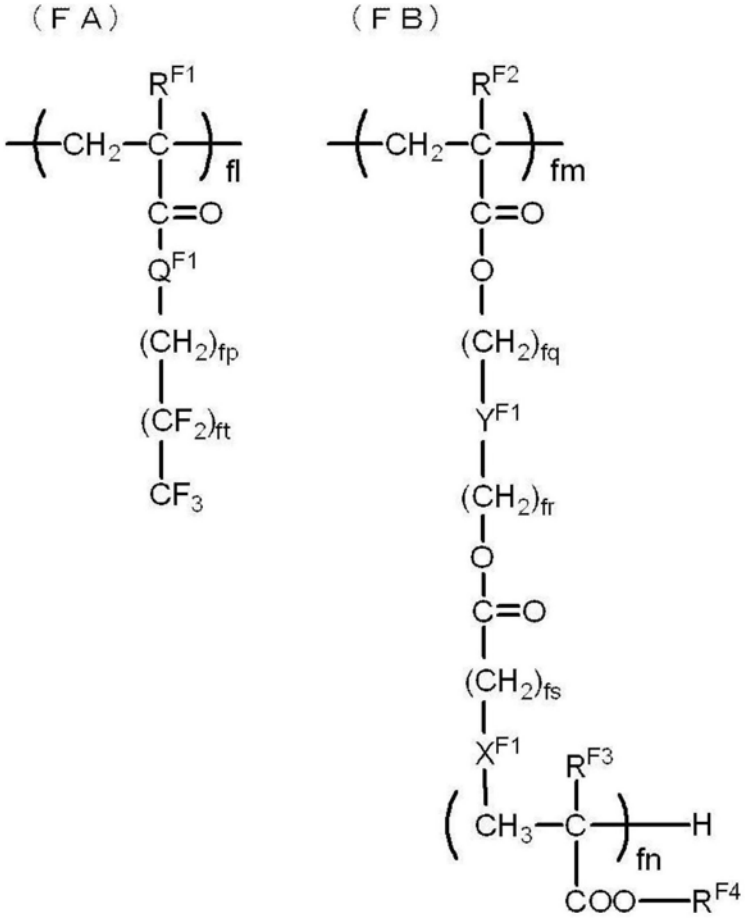
[0012] 如<1>或<2>所述的分散剂附着的聚四氟乙烯颗粒，其中，所述具有氟原子的分散剂是通过具有氟化烷基的聚合性化合物的均聚或共聚获得的聚合物。

[0013] <4>

[0014] 如<3>所述的分散剂附着的聚四氟乙烯颗粒，其中，通过具有氟化烷基的聚合性化合物的均聚或共聚获得的所述聚合物是具有下式(FA)表示的结构单元的含氟化烷基的聚合物，或者是具有下式(FA)表示的结构单元和下式(FB)表示的结构单元的含氟化烷基的聚

合物：

[0015]



[0016] 其中，在所述式(FA)和(FB)中，R^{F1}、R^{F2}、R^{F3}和R^{F4}各自独立地表示氢原子或烷基；X^{F1}表示亚烷基链、卤素取代的亚烷基链、-S-、-O-、-NH-或单键；Y^{F1}表示亚烷基链、卤素取代的亚烷基链、-$C_{fx}H_{2fx-1}$(OH))-或单键；Q^{F1}表示-O-或-NH-；fl、fm和fn各自独立地表示1以上的整数；fp、fq、fr和fs各自独立地表示0或1以上的整数；ft表示1至7的整数；fx表示1以上的整数。

[0017] <5>

[0018] 如<1>至<4>中任一项所述的分散剂附着的聚四氟乙烯颗粒，其中，相对于所述聚四氟乙烯颗粒，所述具有氟原子的分散剂的含量为0.5重量％至10重量％。

[0019] <6>

[0020] 如<5>所述的分散剂附着的聚四氟乙烯颗粒，其中，相对于所述聚四氟乙烯颗粒，所述具有氟原子的分散剂的含量为1重量％至7重量％。

[0021] <7>

[0022] 根据本发明的一个方面，提供了一种组合物，其包含聚四氟乙烯颗粒和具有氟原子的分散剂，其中相对于所述聚四氟乙烯颗粒，全氟辛酸的含量为0ppb至25ppb。

[0023] <8>

[0024] 如<7>所述的组合物，其中，所述聚四氟乙烯颗粒的平均粒径为0.2μm至4.5μm。

[0025] <9>

[0026] 如<7>或<8>所述的组合物，其为液态或固态。

[0027] <10>

[0028] 根据本发明的一个方面，提供了一种层状材料，其包含聚四氟乙烯颗粒和具有氟原子的分散剂，其中，相对于所述聚四氟乙烯颗粒，全氟辛酸的含量为0ppb至25ppb。

[0029] <11>

[0030] 如<10>所述的层状材料，其中，所述聚四氟乙烯颗粒的平均粒径为0.2μm至4.5μm。

[0031] <12>

[0032] 一种电子照相感光体，其包括导电性基材和设置在所述导电性基材上的感光层，其中，最外表面层是包含<10>或<11>所述的层状材料的层。

[0033] <13>

[0034] 一种处理盒，其包括<12>所述的电子照相感光体，其中，所述处理盒可拆卸地安装至图像形成装置。

[0035] <14>

[0036] 一种图像形成装置，其包括：<12>所述的电子照相感光体，对所述电子照相感光体的表面充电的充电单元，在经充电的电子照相感光体的表面上形成静电潜像的静电潜像形成单元，使用含有色调剂的显影剂将在所述电子照相感光体的表面上形成的所述静电潜像显影以形成色调剂图像的显影单元，和将所述色调剂图像转印至记录介质的表面的转印单元。

[0037] 根据<1>、<2>、<3>、<4>、<5>或<6>的发明，提供了一种分散剂附着的PTFE颗粒，相比于PFOA相对于PTFE颗粒的含量超过25ppb的情况，即使混合组分的状态变化，所述分散剂附着的PTFE颗粒也具有分散状态的高保持性。

[0038] 根据<7>、<8>或<9>的发明，提供了一种组合物，相比于PFOA相对于PTFE颗粒的含量超过25ppb的情况，即使组分与PTFE颗粒混合的状态变化，所述组合物也具有PTFE颗粒的分散状态的高保持性。

[0039] 根据<10>、<11>、<12>、<13>或<14>的发明，提供了一种层状材料、具有由该层状材料制成的最外表面的电子照相感光体、配备有该电子照相感光体的处理盒和配备有该电子照相感光体的图像形成装置，其中相比于PFOA相对于PTFE颗粒的含量超过25ppb的情况，所述层状材料具有PTFE颗粒的高分散状态。

附图说明

[0040] 将基于附图详细描述本发明的示例性实施方式，其中：

[0041] 图1是示出了示例性实施方式的电子照相感光体的层构造的一个实例的示意性截面图；

[0042] 图2是示出了示例性实施方式的图像形成装置的一个实例的示意性构造图；和

[0043] 图3是示出了示例性实施方式的图像形成装置的另一实例的示意性构造图。

[0044] [附图标记说明]

[0045] 1：底涂层，2：电荷生成层，3：电荷输送层，4：导电性基材，7a，7：电子照相感光体，8：充电设备，9：曝光设备，11：显影设备，13：清洁设备，14：润滑剂，40：转印设备，50：中间转印体，100：图像形成装置，120：图像形成装置，131：清洁刮板，132：纤维构件(辊状)，133：纤维构件(扁平刷状)，300：处理盒

具体实施方式

[0046] 下文中将描述作为本发明的一个实例的示例性实施方式。

[0047] (分散剂附着的聚四氟乙烯颗粒)

[0048] 本示例性实施方式的分散剂附着的聚四氟乙烯颗粒(分散剂附着的PTFE颗粒)是在其表面上附着有具有氟原子的分散剂(含氟分散剂)的PTFE颗粒。

[0049] 另外,在本示例性实施方式的分散剂附着的PTFE颗粒中,全氟辛酸(PFOA)相对于聚四氟乙烯颗粒(PTFE颗粒)的含量为0ppb至25ppb。

[0050] 采用上述构造时即使混合组分的状态变化,本示例性实施方式的分散剂附着的PTFE颗粒也具有分散状态的高保持性。其原因推测如下。

[0051] PTFE颗粒一般通过与诸如分散介质或粉末等组分混合而与含氟分散剂一起使用。然而,当混合组分的状态发生变化(例如,分散介质蒸发或粉末熔化)时,聚四氟乙烯颗粒的分散性趋于降低。

[0052] 具体而言,例如,在含有树脂和分散介质的液态组合物(例如,用于形成层的涂布溶液)与PTFE颗粒和含氟分散剂一起使用形成含有PTFE颗粒的层状材料的情况下,在形成层状材料的过程中进行分散介质的干燥。然后,在干燥(即蒸发)分散介质的过程中,PTFE颗粒的分散性降低,有时引起PTFE颗粒的聚集。

[0053] 此外,例如,在含有树脂颗粒的固态组合物(例如,粉末涂料)与PTFE颗粒和含氟分散剂一起使用形成含有PTFE颗粒的层状材料的情况下,在形成层状材料的过程中发生树脂的熔化。然后,在熔化树脂的过程中,PTFE颗粒的分散性降低,有时引起PTFE颗粒的聚集。

[0054] 结果是,形成具有低分散状态的PTFE颗粒的层状材料。其原因推测如下。

[0055] 由于PFOA在PTFE颗粒的生产过程中作为副产物使用或产生,因此PTFE颗粒通常含有PFOA。

[0056] 在存在PFOA的情况下,虽然在组合物状态中通过含氟分散剂将PTFE颗粒保持在高分散状态,但当混合组分的状态改变时,含氟分散剂与PTFE颗粒的附着状态改变。具体而言,据认为,由于PFOA,含氟分散剂的一部分脱离PTFE颗粒。因此,PTFE颗粒的分散性降低,引起PTFE颗粒的聚集。

[0057] 因此,在本示例性实施方式的分散剂附着的PTFE颗粒中,相对于PTFE颗粒,PFOA含量为0ppb至25ppb。换言之,PTFE颗粒不含有PFOA,或者即使PTFE颗粒含有PFOA,PFOA含量也会被抑制。因此,抑制了由PFOA引起的或在混合组分的状态变化时产生的含氟分散剂与PTFE颗粒的附着状态的变化。

[0058] 由上推测,即使混合成分的状态变化,本示例性实施方式的分散剂附着的PTFE颗粒也具有分散状态的高保持性。

[0059] 下文中,将详细描述本示例性实施方式的分散剂附着的PTFE颗粒。

[0060] 相对于PTFE颗粒,PFOA含量为0ppb至25ppb,从提高分散状态的保持性的观点出发,优选为0ppb至20ppb,更优选为0ppb至15ppb。“ppb”是重量基准。

[0061] 降低PFOA含量的方法包括用纯水、碱水、醇(例如甲醇、乙醇或异丙醇)、酮(例如丙酮、甲基乙基酮或甲基异丁基酮)、酯(例如乙酸乙酯)或其它常用有机溶剂(例如甲苯或四氢呋喃)彻底洗涤PTFE颗粒的方法。虽然洗涤可以在室温下进行,但是通过在加热下进行洗涤可以高效地降低PFOA含量。

[0062] PFOA含量是通过下面所示的方法测量的值。

[0063] -样品的预处理-

[0064] 在含有分散剂附着的PTFE颗粒的层状材料的情况下，将层状材料浸入溶剂(例如四氢呋喃)中以使PTFE颗粒和不溶于该溶剂以外的那些物质之外的物质溶解在溶剂中，然后将溶液滴加到纯水中，通过过滤分离沉积物。收集由此获得的含PFOA的溶液。此外，将通过过滤获得的不溶物质溶解在溶剂中，然后将溶液滴加到纯水中，并通过过滤分离沉积物。收集由此获得的含PFOA的溶液的操作重复五次，并且将通过整个操作收集的水溶液称为经过预处理的水溶液。

[0065] 在含有分散剂附着的PTFE颗粒的组合物的情况下，对组合物进行与层状材料的情况相同的步骤，得到经过预处理的水溶液。

[0066] 在分散剂附着的PTFE颗粒的情况下，对分散剂附着的PTFE颗粒进行与层状材料的情况相同的步骤，得到经过预处理的水溶液。

[0067] -测量-

[0068] 针对通过上述手段获得的经过预处理的水溶液，样品溶液的制备和测量按照“岩手县环境科学与公共卫生研究所的环境水、沉积物和生物中的全氟辛烷磺酸(PFOS)和全氟辛酸(PFOA)分析”中所示的方法进行。

[0069] PTFE颗粒的平均粒径(分散剂附着的PTFE颗粒的平均粒径)没有具体限制，优选为0.2μm至4.5μm，更优选为0.2μm至4μm。平均粒径为0.2μm至4.5μm的PTFE颗粒倾向于含有大量PFOA。因此，平均粒径为0.2μm至4.5μm的PTFE颗粒特别容易在混合的组分状态变化时分散状态劣化。不过，通过将PFOA含量控制在上述范围内，即使对于平均粒径为0.2μm至4.5μm的PTFE颗粒而言，当混合的组分状态变化时，分散状态的保持性提高。

[0070] PTFE颗粒的平均粒径是通过下面示出的方法测量的值。

[0071] 氟树脂颗粒(一次颗粒的聚集形成的二次颗粒)的最大直径通过用扫描电子显微镜(SEM)观察(例如以5,000倍以上的放大率)测量。测量以50个颗粒进行，将平均值视为PTFE颗粒的平均粒径。作为SEM，使用JEOL制造的JSM-6700F，并观察加速电压为5kV的二次电子图像。

[0072] 含氟分散剂包括通过具有氟化烷基的聚合性化合物(在下文中还称为“含氟化烷基的聚合物”)的均聚或共聚获得的聚合物。

[0073] 含氟分散剂具体包括例如具有氟化烷基的(甲基)丙烯酸酯的均聚物以及具有氟化烷基的(甲基)丙烯酸酯和不具有氟原子的单体之间的无规或嵌段共聚物。(甲基)丙烯酸酯意指丙烯酸酯和甲基丙烯酸酯。

[0074] 具有氟化烷基的(甲基)丙烯酸酯包括例如(甲基)丙烯酸2,2,2-三氟乙酯和(甲基)丙烯酸2,2,3,3,3-五氟丙酯。

[0075] 不具有氟原子的单体包括例如(甲基)丙烯酸酯、(甲基)丙烯酸异丁酯、(甲基)丙烯酸叔丁酯、(甲基)丙烯酸异辛酯、(甲基)丙烯酸十二烷基酯、(甲基)丙烯酸硬脂基酯、(甲基)丙烯酸异冰片酯、(甲基)丙烯酸环己酯、(甲基)丙烯酸2-甲氧基乙酯、甲氧基三乙二醇(甲基)丙烯酸酯、(甲基)丙烯酸2-乙氧基乙酯、(甲基)丙烯酸四氢化糠酯、(甲基)丙烯酸苄酯、乙基卡必醇(甲基)丙烯酸酯、(甲基)丙烯酸苯氧基乙酯、(甲基)丙烯酸2-羟基酯、(甲基)丙烯酸2-羟基丙酯、(甲基)丙烯酸4-羟基丁酯、甲氧基聚乙二醇(甲基)丙烯酸酯、苯氧

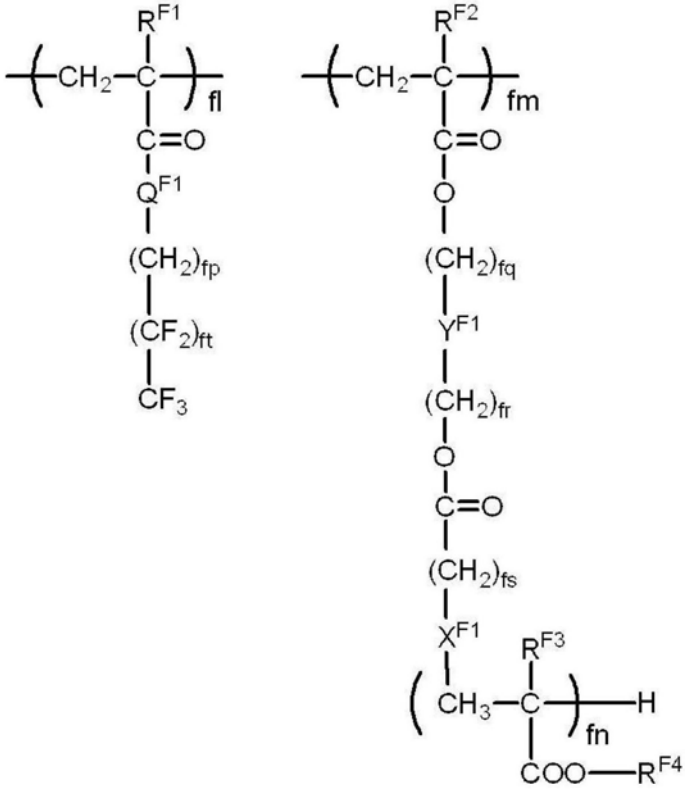
基聚乙二醇(甲基)丙烯酸酯、羟乙基邻苯基酚(甲基)丙烯酸酯和邻苯基酚缩水甘油醚(甲基)丙烯酸酯。

[0076] 另外，含氟分散剂具体包括例如入美国专利No.5,637,142和日本专利No.4,251,662中公开的嵌段或支链聚合物。此外，含氟分散剂具体包括氟类表面活性剂。

[0077] 其中，作为含氟分散剂，优选具有下式(FA)表示的结构单元的含氟化烷基的聚合物，更优选具有下式(FA)表示的结构单元和下式(FB)表示的结构单元的含氟化烷基的聚合物。

[0078] 下面描述具有下式(FA)表示的结构单元和下式(FB)表示的结构单元的含氟化烷基的聚合物。

[0079] （FA） （FB）



[0080] 在式(FA)和(FB)中，R^{F1}、R^{F2}、R^{F3}和R^{F4}各自独立地表示氢原子或烷基。

[0081] X^{F1}表示亚烷基链、卤素取代的亚烷基链、-S-、-O-、-NH-或单键。

[0082] Y^{F1}表示亚烷基链、卤素取代的亚烷基链、$-C_{fx}H_{2fx-1}(OH))-$或单键。

[0083] Q^{F1}表示-O-或-NH-。

[0084] fl、fm和fn各自独立地表示1以上的整数。

[0085] fp、fq、fr和fs各自独立地表示0或1以上的整数。

[0086] ft表示1至7的整数。

[0087] fx表示1以上的整数。

[0088] 式(FA)和(FB)中的R^{F1}、R^{F2}、R^{F3}和R^{F4}各自表示的基团优选为氢原子、甲基、乙基或丙基，更优选为氢原子或甲基，还更优选为甲基。

[0089] 式(FA)和(FB)中的X^{F1}和Y^{F1}各自表示的亚烷基链(未取代的亚烷基链或卤素取代的亚烷基链)优选为具有1至10个碳原子的直链或支链烷基链。

[0090] Y^{F1}表示的-$C_{fx}H_{2fx-1}$(OH))-中的fx优选为1至10的整数。

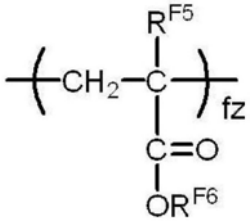
[0091] fp、fq、fr和fs各自独立地优选表示0或1至10的整数。

[0092] fn例如优选为1至60。

[0093] 此处,在含氟分散剂中,式(FA)表示的结构单元与式(FB)表示的结构单元之比,即fl:fm优选为1:9至9:1,更优选为3:7至7:3。

[0094] 此外,除了式(FA)表示的结构单元与式(FB)表示的结构单元之外,含氟分散剂还可含有式(FC)表示的结构单元。式(FC)表示的结构单元相对于式(FA)表示的结构单元和式(FB)表示的结构单元的总和即fl+fm的含量比,以(fl+fm:fz)比例计优选为10:0至7:3,更优选为9:1至7:3。

[0095] (FC)

[0096] 

[0097] 在式(FC)中,R^{F5}和R^{F6}各自独立地表示氢原子或烷基。

[0098] fz表示1以上的整数。

[0099] 式(FC)中R^{F5}和R^{F6}各自表示的基团优选为氢原子、甲基、乙基或丙基,更优选为氢原子或甲基,还更优选为甲基。

[0100] 含氟分散剂的市售产品包括例如GF300和GF400(由Toagosei Co.,Ltd.制造)、Surflon系列(AGC Seimi Chemical Co.,Ltd.)、Futargent系列(由NEOS Co.,Ltd.制造)、PF系列(由Kitamura Chemicals Co.,Ltd.制造)、Megafac系列(由DIC Corp.制造)和FC系列(由3M Co.制造)。

[0101] 含氟分散剂的重均分子量例如优选为2,000至250,000,更优选为3,000至150,000,还更优选为50,000至100,000。

[0102] 含氟分散剂的重均分子量是通过凝胶渗透色谱法(GPC)测量的值。例如,使用作为测量装置的HLC-8120GPC(由Tosoh Corp.制造)、作为柱的TSKgel GMHHR-M+TSKgel GMHHR-M(7.8mm I.D.30cm)(由Tosoh Corp.制造)和作为溶剂的氯仿通过GPC进行分子量测量。通过使用单分散聚苯乙烯标准样品制备的分子量校准曲线,由测量结果计算重均分子量(Mw)。

[0103] 相对于PTFE颗粒,含氟分散剂的含量例如优选为0.5重量%至10重量%,更优选为1重量%至7重量%。

[0104] 含氟分散剂可单独使用一种,或两种以上组合使用。

[0105] 本示例性实施方式的分散剂附着的PTFE颗粒的制造方法例如包括:

[0106] (1)将PTFE颗粒和含氟分散剂在分散介质中共混以制备PTFE颗粒的分散液,然后从分散液中去除分散介质的方法;

[0107] (2)使用干粉混合机混合PTFE颗粒和含氟分散剂以使含氟分散剂附着于PTFE颗粒的方法;

[0108] (3)搅拌下将溶于溶剂中的含氟分散剂滴加到PTFE颗粒中,然后去除溶剂的方法。

[0109] (组合物)

[0110] 本示例性实施方式的组合物含有PTFE颗粒和含氟分散剂。另外，在本示例性实施方式的组合物中，相对于PTFE颗粒，PEOA含量为0ppb至25ppb。

[0111] 换言之，本示例性实施方式的组合物含有本示例性实施方式的分散剂附着的PTFE颗粒。因此，本示例性实施方式的组合物是即使与PTFE颗粒混合的组分的状态变化时也具有PTFE颗粒的分散状态的高保持性的组合物。

[0112] 然而，本示例性实施方式的组合物可以是通过将先前制备的分散剂附着的PTFE颗粒与其它组分(例如分散介质或PTFE颗粒以外的树脂颗粒)混合制备的组合物，或者是PTFE颗粒、含氟分散剂和其它组分(例如分散介质或PTFE颗粒以外的树脂颗粒)混合的组合物。

[0113] 本示例性实施方式的组合物可以是液态组合物和固态组合物中的任一种。

[0114] 液态组合物包括例如含有PTFE颗粒、含氟分散剂和分散介质的PTFE颗粒分散液，和将树脂混入PTFE颗粒分散液中的层状材料形成用涂布液。

[0115] 固态组合物包括例如含有分散剂附着的PTFE颗粒、树脂颗粒(例如，色调剂颗粒或粉末涂料颗粒)的组合物。

[0116] (层状材料)

[0117] 本示例性实施方式的层状材料含有PTFE颗粒和含氟分散剂。另外，在本示例性实施方式的层状材料中，相对于PTFE颗粒，PEOA含量为0ppb至25ppb。

[0118] 换言之，本示例性实施方式的层状材料含有分散剂附着的PTFE颗粒。具体而言，本示例性实施方式的层状材料是由本示例性实施方式的组合物形成的层。

[0119] 因此，本示例性实施方式的层状材料是具有PTFE颗粒的分散状态的高保持性的层状材料。此外，本示例性实施方式的层状材料是表面特性、例如润滑性或疏水性(拒水性)优异的层状材料(特别是表面特性中具有少量不规则物的层状材料)。

[0120] 本示例性实施方式的层状材料包括例如电子照相感光体的最外表面层、色调剂图像、粉末涂层和滑动层。

[0121] 在本示例性实施方式的层状材料中，从发挥上述表面特性的观点出发，PTFE颗粒的含量优选为0.1重量％至40重量％，更优选为1重量％至30重量％。

[0122] (电子照相感光体)

[0123] 本示例性实施方式的电子照相感光体(在下文中还称为“感光体”)具有导电性基材和设置在导电性基材上的感光层，其中最外表面层是由本示例性实施方式的层状材料形成的层。

[0124] 由层状材料形成的最外表面层是层积型感光层的电荷输送层、单层型感光层或表面保护层等。

[0125] 由于本示例性实施方式的感光体具有由本示例性实施方式的层状材料形成的层作为最外表面层，其具有高耐磨性。具体而言，当最外表面层中包含的PTFE颗粒的分散性低时，感光体倾向于产生图像缺陷(具体地，条纹状图像不均匀)。然而，在本示例性实施方式的感光体中，由于最外表面层中以高分散性的状态含有PTFE颗粒，抑制了上述图像缺陷。

[0126] 下文中将参照附图描述本示例性实施方式的电子照相感光体。

[0127] 图1所示的电子照相感光体7包括例如具有下述构造的感光体7，其中，底涂层1、电荷生成层2和电荷输送层3依次层积在导电性基材4上。电荷生成层2和电荷输送层3构成感

光层5。

[0128] 此外，电子照相感光体7可具有省略底涂层1的层构造。

[0129] 此外，电子照相感光体7可以是具有集电荷生成层2和电荷输送层3的功能于一身的单层型感光层的感光体。在具有单层型感光层的感光体的情况下，单层型感光层构成最外表面层。

[0130] 此外，电子照相感光体7可以是在电荷输送层3或单层型感光层上具有表面保护层的感光体。在具有表面保护层的感光体的情况下，表面保护层构成最外表面层。

[0131] 下文中，将详细描述本示例性实施方式的电子照相感光体的各层。在描述中，将省略附图标记。

[0132] (导电性基材)

[0133] 导电性基材包括例如含有金属(铝、铜、锌、铬、镍、钼、钒、铟、金或铂等)或合金(不锈钢等)的金属板、金属鼓和金属带。此外，导电性基材包括例如其上涂布、沉积或层压有导电化合物(例如导电聚合物或氧化铟)、金属(例如，铝、钯或金)或合金的纸、树脂膜和带。此处，“导电性”意指体积电阻率小于$10^{13}\Omega cm$。

[0134] 在电子照相感光体用于激光打印机的情况下，为了防止在用激光照射时产生的干涉条纹，优选的是导电性基材的表面进行粗糙化，使得中心线平均粗糙度Ra为0.04μm至0.5μm。此外，在非干涉光用于光源的情况下，用于防止干涉条纹的表面的粗糙化不是特别必要，但是表面的粗糙化适合于延长寿命，原因是防止了由于导电性基材表面的不均匀引起的缺陷的产生。

[0135] 粗糙化方法包括，例如，将抛光剂悬浮在水中并将悬浮液吹向导电性基材的湿法珩磨，将导电性基材压力接触到旋转磨石并连续进行研磨过程的无心磨削，以及阳极氧化处理。

[0136] 粗糙化方法还包括将导电或半导电粉末分散在树脂中，在导电性基材的表面上形成层，并使用分散在层中的颗粒进行粗糙化而不进行导电性基材的表面粗糙化的方法。

[0137] 使用阳极氧化的粗糙化处理是使用要在电解质溶液中阳极氧化的金属(例如，由铝制成)导电性基材作为阳极而在导电性基材的表面上形成氧化物膜的处理。电解质溶液包括例如硫酸溶液和草酸溶液。然而，通过阳极氧化形成的多孔阳极氧化膜本身是化学活性的并且容易被污染，并且由于环境所致其电阻波动大。因此，优选的是，相对于多孔阳极氧化物膜进行如下的密封处理：利用加压蒸汽或沸水中的水合反应(可添加镍等的金属盐)，通过体积膨胀密封氧化膜的微孔，并将氧化膜变为更稳定的水合氧化物。

[0138] 阳极氧化物膜的膜厚度例如优选为0.3μm至15μm。当膜厚度在上述范围内时，容易表现出注入阻挡性并且防止由于重复使用导致的残余电势增加。

[0139] 可对导电性基材进行利用酸性处理液的处理或勃姆石处理。

[0140] 利用酸性处理液的处理如下进行。首先，制备含有磷酸、铬酸和氢氟酸的酸性处理液。酸性处理液中磷酸、铬酸和氢氟酸的混合比为10重量％至11重量％的磷酸、3重量％至5重量％的铬酸和0.5重量％至2重量％的氢氟酸。此外，全部酸的浓度适当地在13.5重量％至18重量％的范围内。处理温度优选为42℃至48℃。涂布膜的膜厚度优选为0.3μm至15μm。

[0141] 通过将导电性基材浸入温度为90℃至100℃的纯水中5分钟至60分钟或者使导电性基材与温度为90℃至120℃的加热蒸汽接触5分钟至60分钟来进行勃姆石处理。涂布膜的

膜厚度优选为0.1μm至5μm。可以使用具有低涂布膜溶解度的电解质溶液对膜进行进一步的阳极氧化处理，该电解质溶液例如己二酸、硼酸、硼酸盐、磷酸盐、邻苯二甲酸盐、马来酸盐、苯甲酸盐、酒石酸盐或柠檬酸盐。

[0142] (底涂层)

[0143] 底涂层例如为含有无机颗粒和粘合剂树脂的层。

[0144] 无机颗粒包括例如粉末电阻(体积电阻率)为10^2Ω cm至10^{11}Ω cm的无机颗粒。

[0145] 其中，作为具有上述电阻值的无机颗粒，优选金属氧化物颗粒，例如氧化锡颗粒、氧化钛颗粒、氧化锌颗粒或氧化锆颗粒，特别优选氧化锌颗粒。

[0146] 无机颗粒的使用BET法的比表面积例如适当地为10m^2/g以上。

[0147] 无机颗粒的体积平均粒径例如适当地为50nm至2,000nm(优选60nm至1,000nm)。

[0148] 相对于粘合剂树脂，无机颗粒的含量例如优选为10重量％至80重量％，更优选为40重量％至80重量％。

[0149] 可以对无机颗粒进行表面处理。无机颗粒可以组合使用两种以上的经过不同表面处理的颗粒或粒径彼此不同的颗粒。

[0150] 表面处理剂包括例如硅烷偶联剂、钛酸酯偶联剂、铝偶联剂和表面活性剂。特别是，优选硅烷偶联剂，更优选具有氨基的硅烷偶联剂。

[0151] 具有氨基的硅烷偶联剂包括例如3-氨丙基三乙氧基硅烷、N-2-(氨乙基)-3-氨丙基三甲氧基硅烷、N-2-(氨乙基)-3-氨丙基甲基二甲氧基硅烷和N,N-双(2-羟乙基)-3-氨丙基三乙氧基硅烷，但具有氨基的硅烷偶联剂不限于此。

[0152] 硅烷偶联剂可以两种以上组合使用。例如，具有氨基的硅烷偶联剂和另一硅烷偶联剂可彼此组合。另一硅烷偶联剂包括例如乙烯基三甲氧基硅烷、3-甲基丙烯酰丙基-三(2-甲氧基乙氧基)硅烷、2-(3,4-环氧环己基)乙基三甲氧基硅烷、3-缩水甘油氧基丙基三甲氧基硅烷、乙烯基三乙酰氧基硅烷、3-巯基丙基三甲氧基硅烷、3-氨丙基三乙氧基硅烷、N-2-(氨乙基)-3-氨丙基三甲氧基硅烷、N-2-(氨乙基)-3-氨丙基甲基二甲氧基硅烷、N,N-双(2-羟乙基)-3-氨丙基三乙氧基硅烷和3-氯丙基三甲氧基硅烷，但另一硅烷偶联剂不限于此。

[0153] 作为利用表面处理剂的表面处理方法，可以使用任何方法，只要该方法是已知方法即可，并且可以使用干法和湿法中的任何一种。

[0154] 相对于无机颗粒，表面处理剂的处理量优选为0.5重量％至10重量％。

[0155] 从电学特性的长期稳定性和载流子阻挡性的改善的观点来看，底涂层优选含有电子接受化合物(受体化合物)以及无机颗粒。

[0156] 电子接受化合物包括，例如，电子输送物质，例如：醌化合物，例如氯醌或四溴对苯醌；四氰基对醌二甲烷化合物；芴酮化合物，例如2,4,7-三硝基芴酮或2,4,5,7-四硝基-9-芴酮；噁二唑化合物，例如2-(4-联苯基)-5-(4-叔丁基苯基)-1,3,4-噁二唑、2,5-双(4-萘基)-1,3,4-噁二唑或2,5-双(4-二乙基氨基苯基)-1,3,4-噁二唑；氧杂蒽酮化合物；噻吩化合物；联苯醌化合物，例如3,3',5,5'-四叔丁基联苯醌。

[0157] 具体而言，优选具有蒽醌结构的化合物作为电子接受化合物。作为具有蒽醌结构的化合物，例如，优选羟基蒽醌化合物、氨基蒽醌化合物或氨基羟基蒽醌化合物，特别优选蒽醌、茜素、醌茜、蒽绛酚或紫精。

[0158] 电子接受化合物可以以与无机颗粒一起分散在底涂层中的状态或以附着于无机颗粒表面的状态包含在底涂层中。

[0159] 将电子接受化合物附着在无机颗粒表面上的方法包括例如干法和湿法。

[0160] 干法是如下方法:在用具有大剪切力的混合器等搅拌无机颗粒的同时直接滴入电子接受化合物或滴入溶于有机溶剂的电子接受化合物,用干燥空气或氮气喷洒电子接受化合物,并使电子接受化合物附着于无机颗粒表面。电子接受化合物的滴入或喷洒适当地在低于或等于溶剂沸点的温度下进行。电子接受化合物可进一步在滴入或喷洒后于100℃以上的温度下烘烤。烘烤没有特别限制,只要在与可以获得上述电子照相特性的条件相同的温度和时间条件下进行烘烤即可。

[0161] 湿法是如下方法:利用搅拌、超声波、砂磨机、磨碎机或球磨机将无机颗粒分散在溶剂中,向其中加入电子接受化合物,搅拌混合物或将化合物分散在混合物中,去除溶剂,使电子接受化合物附着于无机颗粒表面。在溶剂去除方法中,例如,可通过过滤或蒸馏去除溶剂。在去除溶剂后,所得物可进一步在100℃以上的温度下烘烤。烘烤没有特别限制,只要在与可以获得上述电子照相特性的条件相同的温度和时间条件下进行烘烤即可。在湿法中,可在添加电子接受化合物之前去除无机颗粒中所含的水分,其实例包括在溶剂中进行搅拌和加热的同时去除水分的方法以及在与溶剂一起共沸的同时去除水分的方法。

[0162] 可在用表面处理剂进行无机颗粒的表面处理之前或之后进行电子接受化合物的附着,或者电子接受化合物的附着和利用表面处理剂的表面处理可同时进行。

[0163] 相对于无机颗粒,电子接受化合物的含量例如适当地为0.01重量%至20重量%,优选为0.01重量%至10重量%。

[0164] 用于底涂层的粘合剂树脂包括例如已知的聚合物化合物,例如缩醛树脂(例如,聚乙烯醇缩丁醛)、聚乙烯醇树脂、聚乙烯缩醛树脂、酪蛋白树脂、聚酰胺树脂、纤维素树脂、明胶、聚氨酯树脂、聚酯树脂、不饱和聚酯树脂、甲基丙烯酸树脂、丙烯酸树脂、聚氯乙烯树脂、聚乙酸乙烯酯树脂、氯乙烯-乙酸乙烯酯-马来酸酐树脂、硅树脂、硅氧烷-醇酸树脂、脲醛树脂、酚树脂、酚醛树脂、三聚氰胺树脂、氨基甲酸酯树脂、醇酸树脂或环氧树脂,以及已知的材料,例如锆螯合化合物、钛螯合化合物、铝螯合化合物、钛醇盐化合物、有机钛化合物或硅烷偶联剂。

[0165] 用于底涂层的粘合剂树脂包括例如具有电荷输送基团的电荷输送性树脂和导电性树脂(例如聚苯胺)。

[0166] 其中,作为用于底涂层的粘合剂树脂,优选不溶于上层的涂布溶剂的树脂,特别优选的是:热固性树脂,例如脲醛树脂、酚树脂、酚醛树脂、三聚氰胺树脂、氨基甲酸酯树脂、不饱和聚酯树脂、醇酸树脂或环氧树脂;以及通过固化剂和选自由聚酰胺树脂、聚酯树脂、聚醚树脂、甲基丙烯酸树脂、丙烯酸树脂、聚乙烯醇树脂和聚乙烯缩醛树脂组成的组中的至少一种树脂之间的反应获得的树脂。

[0167] 在这些粘合剂树脂两种以上组合使用的情况下,根据需要设定其混合比。

[0168] 底涂层可含有各种添加剂以改善电学特性、环境稳定性和图像品质。

[0169] 添加剂包括已知材料,例如,多环稠合或偶氮电子输送颜料、锆螯合化合物、钛螯合化合物、铝螯合化合物、钛醇盐化合物、有机钛化合物或硅烷偶联剂。硅烷偶联剂用于如上所述的无机颗粒的表面处理,但也可作为添加剂添加至底涂层。

[0170] 作为添加剂的硅烷偶联剂包括例如乙烯基三甲氧基硅烷、3-甲基丙烯酰丙基-三(2-甲氧基乙氧基)硅烷、2-(3,4-环氧环己基)乙基三甲氧基硅烷、3-缩水甘油氧基丙基三甲氧基硅烷、乙烯基三乙酰氧基硅烷、3-巯基丙基三甲氧基硅烷、3-氨丙基三乙氧基硅烷、N-2-(氨乙基)-3-氨丙基三甲氧基硅烷、N-2-(氨乙基)-3-氨丙基甲基二甲氧基硅烷、N,N-双(2-羟乙基)-3-氨丙基三乙氧基硅烷和3-氯丙基三甲氧基硅烷。

[0171] 锆螯合化合物包括例如丁醇锆、乙基乙酰乙酸锆、三乙醇胺锆、乙酰丙酮合丁醇锆、乙酰乙酸乙酯合丁醇锆、乙酸锆、草酸锆、乳酸锆、膦酸锆、辛酸锆、环烷酸锆、月桂酸锆、硬脂酸锆、异硬脂酸锆、甲基丙烯酸酯合丁醇锆、硬脂酸酯合丁醇锆和异硬脂酸酯合丁醇锆。

[0172] 钛螯合化合物包括例如钛酸四异丙酯、钛酸四正丁酯、钛酸丁酯二聚体、钛酸四(2-乙基己基)酯、乙酰丙酮钛、聚乙酰丙酮钛、辛烯乙醇酸钛、乳酸钛铵盐、乳酸钛、乳酸钛乙酯、三乙醇胺钛和多羟基硬脂酸钛。

[0173] 铝螯合化合物包括例如异丙醇铝、二异丙醇单丁氧基铝、丁酸铝、乙酰乙酸二乙酯二异丙醇铝和三(乙酰乙酸)铝。

[0174] 这些添加剂可单独、多种化合物组合或作为缩聚物使用。

[0175] 底涂层的维氏硬度适当地为35以上。

[0176] 底涂层的表面粗糙度(十点平均粗糙度)适当地调节为所用曝光的激光波长λ的1/(4n)(n是上层的折射率)至(1/2),以防止云纹图像。

[0177] 可对底涂层添加树脂等以调节表面粗糙度。树脂颗粒包括例如硅树脂颗粒和交联的聚甲基丙烯酸甲酯颗粒。此外,可以将底涂层的表面抛光以调节表面粗糙度。抛光方法包括例软抛光(buff polishing)、喷砂处理、湿珩磨和研磨处理。

[0178] 底涂层的形成没有特别限制,并使用公知的形成方法。例如,如下形成底涂层:利用通过将上述组分加入溶剂获得的底涂层形成用涂布溶液形成涂布膜,将涂布膜干燥,并且必要时将干燥的膜加热。

[0179] 用于制备底涂层形成用涂布溶液的溶剂包括已知的有机溶剂,例如醇溶剂、芳族烃溶剂、卤化烃溶剂、酮溶剂、酮醇溶剂、醚溶剂和酯溶剂。

[0180] 溶剂具体包括常用有机溶剂,例如甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、正丁醇、苄醇、甲基溶纤剂、乙基溶纤剂、丙酮、甲基乙基酮、环己酮、乙酸甲酯、乙酸乙酯、乙酸正丁酯、二噁烷、四氢呋喃、二氯甲烷、氯仿、氯苯和甲苯。

[0181] 在制备底涂层形成用涂布溶液的同时分散无机颗粒的方法包括已知方法,例如辊磨机、球磨机、振动球磨机、磨碎机、砂磨机、胶体磨和漆料搅拌器。

[0182] 在导电性基材上涂布底涂层形成用涂布溶液的方法包括一般方法,例如刮涂法、线棒涂布法、喷涂法、浸涂法、珠涂法、气刀涂布法或帘式涂布法。

[0183] 底涂层的膜厚度例如优选地设定为15μm以上,更优选为20μm至50μm。

[0184] (中间层)

[0185] 虽然未图示,但是可以在底涂层和感光层之间进一步设置中间层。

[0186] 中间层是例如含有树脂的层。用于中间层的树脂是聚合物化合物,例如缩醛树脂(例如,聚乙烯醇缩丁醛)、聚乙烯醇树脂、聚乙烯缩醛树脂、酪蛋白树脂、聚酰胺树脂、纤维素树脂、明胶、聚氨酯树脂、聚酯树脂、甲基丙烯酸树脂、丙烯酸树脂、聚氯乙烯树脂、聚乙酸

乙烯酯树脂、氯乙烯-乙酸乙烯酯-马来酸酐树脂、硅树脂、硅氧烷-醇酸树脂、酚醛树脂和三聚氰胺树脂。

[0187] 中间层可以是含有有机金属化合物的层。用于中间层的有机金属化合物包括例如含有诸如锆、钛、铝、锰或硅等金属原子的有机金属化合物。

[0188] 用于中间层的化合物可单独、多种化合物组合或作为缩聚物使用。

[0189] 其中，中间层优选为含有有机金属化合物(含锆原子或硅原子)的层。

[0190] 中间层的形成没有特别限制，并使用公知的形成方法。例如，如下形成中间层：利用通过将上述组分加入溶剂获得的中间层形成用涂布溶液形成涂布膜，将涂布膜干燥，并且必要时将干燥的膜加热。

[0191] 形成中间层的涂布方法包括一般方法，例如浸涂法、挤出涂布法、线棒涂布法、喷涂法、刮涂法、刀涂布法或帘式涂布法。

[0192] 中间层的膜厚度例如优选地设定为0.1μm至3μm。此外，中间层可用作底涂层。

[0193] (电荷生成层)

[0194] 电荷生成层是例如含有电荷生成材料和粘合剂树脂的层。电荷生成层可以是电荷生成材料的气相沉积层。在使用诸如发光二极管(LED)或有机电致发光(EL)图像阵列等非相干光源的情况下，优选电荷生成材料的气相沉积层。

[0195] 电荷生成材料包括：例如，偶氮颜料，例如双偶氮或三偶氮；稠环芳族颜料，例如二溴蒽嵌蒽醌；二萘嵌苯颜料；吡咯并吡咯颜料；酞菁颜料；氧化锌；和三方硒。

[0196] 其中，为了响应近红外区域的激光曝光，优选使用金属酞菁颜料或无金属酞菁颜料作为电荷生成材料。具体而言，例如，更优选诸如JP-A-5-263007和JP-A-5-279591中公开的羟基镓酞菁；诸如JP-A-5-98181中公开的氯镓酞菁；诸如JP-A-5-140472和JP-A-5-140473中公开的二氯锡酞菁；和诸如JP-A-4-189873中公开的钛氧基酞菁。

[0197] 另一方面，为了响应近紫外区域的激光曝光，作为电荷生成材料，优选的是：例如，二溴蒽嵌蒽醌；硫靛颜料；四氮杂卟啉化合物；氧化锌；三方硒；以及JP-A-2004-78147和JP-A-2005-181992中公开的二偶氮颜料。

[0198] 即使在使用诸如具有450nm至780nm的发光中心波长的LED或有机EL图像阵列的情况下，也可使用上述电荷生成材料。然而，从解析度的观点出发，在使用感光层作为厚度20μm以下的薄膜的情况下，感光层中的场强增加，并且容易出现由于从基材注入电荷而导致的充电减少，以及所谓黑点的图像缺陷。当使用作为p型半导体如三方硒或酞菁颜料并容易产生暗电流的电荷生成材料时，这种现象显著发生。

[0199] 相比之下，在使用n型半导体的情况下，例如，使用稠环芳族颜料、二萘嵌苯颜料或偶氮颜料作为电荷生成材料，几乎不产生暗电流，并且即使在使用薄膜的情况下也可以防止所谓黑点的图像缺陷。作为n型电荷生成材料，例如使用JP-A-2012-155282的[0288]至[0291]段中公开的化合物(CG-1)至(CG-27)，但n型电荷生成材料不限于此。

[0200] 使用常用的飞行时间法，通过流动的光电流的极性来确定n型，并且将容易使电子而非空穴作为载流子流动的材料确定为n型。

[0201] 用于电荷生成层的粘合剂树脂选自宽范围的绝缘树脂，粘合剂树脂可选自有机光电导聚合物，例如聚-N-乙烯基咔唑、聚乙烯基蒽、聚乙烯基芘和聚硅烷。

[0202] 粘合剂树脂包括例如聚乙烯缩丁醛树脂、聚芳酯树脂(例如，双酚和芳族二价羧酸

的缩聚物)、聚碳酸酯树脂、聚酯树脂、苯氧基树脂、氯乙烯-乙酸乙烯酯共聚物、聚酰胺树脂、丙烯酸树脂、聚丙烯酰胺树脂、聚乙烯吡啶树脂、纤维素树脂、氨基甲酸酯树脂、环氧树脂、酪蛋白、聚乙烯醇树脂和聚乙烯吡咯烷酮树脂。本文中的“绝缘性”表明体积电阻率为$10^{13}\Omega$cm以上。

[0203] 这些粘合剂树脂单独或两种以上组合使用。

[0204] 以重量比计,电荷生成材料与粘合剂树脂的共混比优选为10:1至1:10。

[0205] 电荷生成层可含有其它公知的添加剂。

[0206] 电荷生成层的形成没有特别限制,并使用公知的形成方法。例如,如下形成电荷生成层:利用通过将上述组分加入溶剂获得的电荷生成层形成用涂布溶液形成涂布膜,将涂布膜干燥,并且必要时将干燥的膜加热。电荷生成层的形成可以通过电荷生成材料的气相沉积来进行。通过气相沉积形成电荷生成层在使用稠环芳族颜料或二萘嵌苯颜料作为电荷生成材料的情况下是特别优选的。

[0207] 用于制备电荷生成层形成用涂布溶液的溶剂包括例如甲醇、乙醇、正丙醇、正丁醇、苄醇、甲基溶纤剂、乙基溶纤剂、丙酮、甲基乙基酮、环己酮、乙酸甲酯、乙酸正丁酯、二噁烷、四氢呋喃、二氯甲烷、氯仿、氯苯和甲苯。这些溶剂可单独或两种以上组合使用。

[0208] 作为在电荷生成层形成用涂布溶液中分散颗粒(例如,电荷生成材料)的方法,使用介质分散仪器如球磨机、振动球磨机、磨碎机、砂磨机或卧式砂磨机,或者无介质分散仪器如搅拌器、超声波分散仪器、辊磨机或高压均化器。高压均化器包括例如通过在高压状态下引起液-液碰撞或液-壁碰撞来使分散液分散的碰撞型,以及通过使分散体在高压状态下贯通微小流路来使分散液分散的贯通法。

[0209] 当进行分散时,电荷生成层形成用涂布溶液中的电荷生成材料的平均粒径有效地为0.5μm以下,优选为0.3μm以下,更优选为0.15μm以下。

[0210] 将电荷生成层形成用涂布溶液涂布在底涂层上(或中间层上)的方法包括常用方法,例如刮涂法、线棒涂布法、喷涂法、浸涂法、珠涂法、气刀涂布法或帘式涂布法。

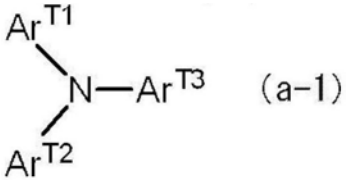
[0211] 例如,电荷生成层的膜厚度优选设定为0.1μm至5.0μm,更优选为0.2μm至2.0μm。

[0212] (电荷输送层)

[0213] 电荷输送层是含有电荷输送材料和粘合剂树脂的层。电荷输送层可以是含有聚合物电荷输送材料的层。

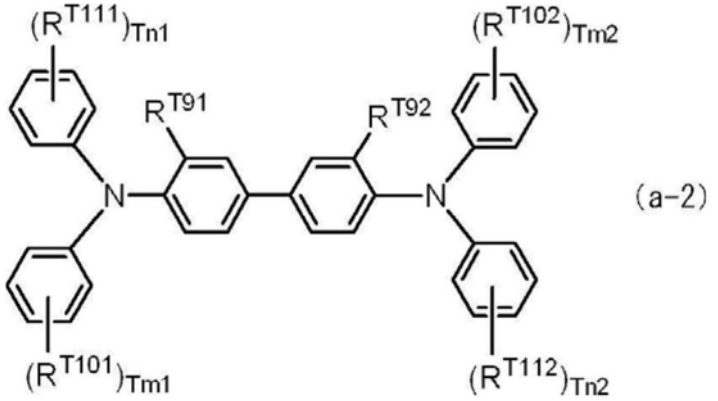
[0214] 电荷输送材料包括电子输送化合物,例如,醌化合物,例如对苯醌、氯醌、四溴对苯醌或蒽醌;四氰基对醌二甲烷化合物;芴酮化合物,例如2,4,7-三硝基芴酮;氧杂蒽酮化合物;苯甲酮化合物;氰基乙烯基化合物;和烯属化合物。电荷输送材料还包括空穴输送化合物,例如三芳胺化合物、联苯胺化合物、芳基烷烃化合物、芳基取代的乙烯化合物、芪化合物、蒽化合物或腙化合物。这些电荷输送材料可单独或两种以上组合使用,但电荷输送材料并不限于此。

[0215] 从电荷迁移率的观点出发,电荷输送材料优选为下示结构式(a-1)表示的三芳胺衍生物或下示结构式(a-2)表示的联苯胺衍生物。

[0216] 

[0217] 在结构式(a-1)中，Ar^{T1}、Ar^{T2}和Ar^{T3}各自独立地表示取代或未取代的芳基、$-C_6H_4-C(R^{T4})=C(R^{T5})(R^{T6})$或$-C_6H_4-CH=CH-CH=C(R^{T7})(R^{T8})$。$R^{T4}$、$R^{T5}$、$R^{T6}$、$R^{T7}$和$R^{T8}$各自独立地表示氢原子、取代或未取代的烷基或取代或未取代的芳基。

[0218] 上述各基团的取代基包括例如卤原子、具有1至5个碳原子的烷基和具有1至5个碳原子的烷氧基。上述各基团的取代基还包括例如取代有具有1至3个碳原子的烷基的经取代氨基。

[0219] 

[0220] 在结构式(a-2)中，R^{T91}和R^{T92}各自独立地表示氢原子、卤原子、具有1至5个碳原子的烷基和具有1至5个碳原子的烷氧基。R^{T101}、R^{T102}、R^{T111}和R^{T112}各自独立地表示卤原子、具有1至5个碳原子的烷基、具有1至5个碳原子的烷氧基、取代有具有1至2个碳原子的烷基的氨基、取代或未取代的芳基、$-C(R^{T12})=C(R^{T13})(R^{T14})$或$-CH=CH-CH=C(R^{T15})(R^{T16})$。$R^{T12}$、$R^{T13}$、$R^{T14}$、$R^{T15}$和$R^{T16}$各自独立地表示氢原子、取代或未取代的烷基或取代或未取代的芳基。Tm_1、Tm_2、Tn_1和Tn_2各自独立地表示0至2的整数。

[0221] 上述各基团的取代基包括例如卤原子、具有1至5个碳原子的烷基和具有1至5个碳原子的烷氧基。上述各基团的取代基还包括取代有具有1至3个碳原子的烷基的经取代氨基。

[0222] 在结构式(a-1)表示的三芳胺衍生物和结构式(a-2)表示的联苯胺衍生物中，从电荷迁移率的观点出发，优选具有“$-C_6H_4-CH=CH-CH=C(R^{T7})(R^{T8})$”的三芳胺衍生物和具有“$-CH=CH-CH=C(R^{T15})(R^{T16})$”的联苯胺衍生物。

[0223] 作为聚合物电荷输送材料，使用具有电荷输送性的已知材料，例如聚-N-乙烯基咔唑或聚硅烷。特别地，特别优选诸如JP-A-8-176293和JP-A-8-208820中公开的聚酯型聚合物电荷输送材料。聚合物电荷输送材料可单独或与粘合剂树脂组合使用。

[0224] 用于电荷输送层的粘合剂树脂包括，例如聚碳酸酯树脂、聚酯树脂、聚芳酯树脂、甲基丙烯酸树脂、丙烯酸树脂、聚氯乙烯树脂、聚偏二氯乙烯树脂、聚苯乙烯树脂、聚乙烯乙酸酯树脂、苯乙烯-丁二烯共聚物、偏二氯乙烯-丙烯腈共聚物、氯乙烯-乙酸乙烯酯共聚物、氯乙烯-乙酸乙烯酯-马来酸酐共聚物、硅树脂、硅-醇酸树脂、酚醛树脂、苯乙烯-醇酸树脂、聚-N-乙烯基咔唑或聚硅烷。其中，优选聚碳酸酯树脂或聚芳酯树脂作为粘合剂树脂。这些

粘合剂树脂可单独或两种以上组合使用。

[0225] 以重量比计，电荷输送材料与粘合剂树脂的共混比优选为10:1至1:5。

[0226] 电荷输送层可含有其它公知的添加剂。

[0227] 电荷输送层的形成没有特别限制，并使用公知的形成方法。例如，如下形成电荷输送层：利用通过将上述组分加入溶剂获得的电荷输送层形成用涂布溶液形成涂布膜，将涂布膜干燥，并且必要时将涂布膜加热。

[0228] 用于制备电荷输送层形成用涂布溶液的溶剂包括常用有机溶剂，例如：芳族烃，例如苯、甲苯、二甲苯或氯苯；酮，例如丙酮或2-丁酮；卤代脂族烃，例如二氯甲烷、氯仿或二氯乙烷；或者环状或支链醚，例如四氢呋喃或乙醚。这些溶剂单独或两种以上组合使用。

[0229] 在电荷生成层上涂布电荷输送层形成用涂布溶液的方法包括一般方法，例如刮涂法、线棒涂布法、喷涂法、浸涂法、珠涂法、气刀涂布法或帘式涂布法。

[0230] 电荷输送层的膜厚度例如优选地设定为5μm至50μm，更优选为10μm至30μm。

[0231] (保护层)

[0232] 必要时在感光层上提供保护层。例如，提供保护层是为了防止感光层在充电期间发生化学变化或进一步提高感光层的机械强度。

[0233] 出于此原因，保护层适当地采用由固化膜(交联膜)组成的层。这些层包括例如下式1)或2)所述的层。

[0234] 1)由含有含反应基的电荷输送材料的组合物的固化膜组成的层，所述电荷输送材料在同一分子中具有反应基和电荷输送骨架(即，含有含反应基的电荷输送材料的聚合物或交联产物的层)

[0235] 2)由含有含非反应性电荷输送材料和含反应基的非电荷输送材料的组合物的固化膜组成的层，所述非电荷输送材料具有反应基而无电荷输送骨架(即，含有非反应性电荷输送材料和含反应基的非电荷输送材料的聚合物或交联产物的层)

[0236] 含反应基的电荷输送材料的反应基包括公知的反应基，例如链聚合性基团、环氧基团、-OH、-OR[其中，R表示烷基]、$-NH_2$、-SH、-COOH、$-SiR^{Q1}{}_{3-Qn}(OR^{Q2})_{Qn}$[其中，$R^{Q1}$表示氢原子、烷基或取代或未取代的芳基。$R^{Q2}$表示氢原子、烷基或三烷基甲硅烷基。Qn表示1至3的整数]。

[0237] 链聚合性基团没有特别限制，只要其是能够自由基聚合的官能团即可，包括例如具有至少含碳双键的基团的官能团。具体而言，链聚合性基团包括，例如含有选自乙烯基、乙烯醚基、乙烯基硫醚基、苯乙烯基(乙烯基苯基)、丙烯酰基、甲基丙烯酰基及其衍生物中的至少一种的基团。其中，考虑到反应性优异，链聚合性基团优选为含有选自乙烯基、苯乙烯基(乙烯基苯基)、丙烯酰基、甲基丙烯酰基及其衍生物中的至少一种的基团。

[0238] 含反应基的电荷输送材料的电荷输送骨架没有特别限制，只要其是电子照相感光体中的已知结构即可。电荷输送骨架包括来源于诸如三芳胺化合物、联苯胺化合物或肼化合物等含氮空穴输送化合物且具有与氮原子共轭的结构的骨架。其中，优选三芳胺骨架。

[0239] 具有反应基和电荷输送骨架的含反应基的电荷输送材料、非反应性电荷输送材料和含反应基的非电荷输送材料可选自公知的材料。

[0240] 保护层可含有其它公知的添加剂。

[0241] 保护层的形成没有特别限制，并使用公知的形成方法。例如，如下形成保护层：利

用通过将上述组分加入溶剂获得的保护层形成用涂布溶液形成涂布膜，将涂布膜干燥，并且必要时将涂布膜加热。

[0242] 用于制备保护层形成用涂布溶液的溶剂包括：例如芳族溶剂，例如甲苯或二甲苯；酮溶剂，例如甲基乙基酮、甲基异丁基酮或环己酮；酯溶剂，例如乙酸乙酯或乙酸丁酯；醚溶剂，例如四氢呋喃或二噁烷；溶纤剂溶剂，例如乙二醇单甲醚；和醇溶剂，例如异丙醇或丁醇。这些溶剂可单独或两种以上组合使用。保护层形成用涂布溶液可以是无溶剂的涂布溶液。

[0243] 在感光层(例如电荷输送层)上涂布保护层形成用涂布溶液的方法包括一般方法，例如浸涂法、挤出涂布法、线棒涂布法、喷涂法、刮涂法、刀涂布法或帘式涂布法。

[0244] 保护层的膜厚度例如优选地设定为1μm至20μm，更优选为2μm至10μm。

[0245] (单层型感光层)

[0246] 单层型感光层(电荷生成/电荷输送层)是含有例如电荷生成材料和电荷输送材料以及必要时的粘合剂树脂和其它公知添加剂的层。这些材料与电荷生成层和电荷输送层描述的材料相同。

[0247] 在单层型感光层中，相对于总固体含量，电荷生成材料的含量适当地为0.1重量％至10重量％，优选为0.8重量％至5重量％。另外，在单层型感光层中，相对于总固体含量，电荷输送材料的含量适当地为5重量％至50重量％。

[0248] 形成单层型感光层的方法与形成电荷生成层或电荷输送层的方法相同。

[0249] 单层型感光层的膜厚度例如适当地为5μm至50μm，优选为10μm至40μm。

[0250] [图像形成装置(和处理盒)]

[0251] 本示例性实施方式的图像形成装置包括：电子照相感光体，对电子照相感光体的表面充电的充电单元，在电子照相感光体的充电表面上形成静电潜像的静电潜像形成单元，使用含有色调剂的显影剂将在电子照相感光体的表面上形成的静电潜像显影形成色调剂图像的显影单元，和将色调剂图像转印至记录介质的表面的转印单元。另外，作为电子照相感光体，采用本示例性实施方式的电子照相感光体。

[0252] 本示例性实施方式的图像形成装置适用于公知的图像形成装置，例如：包括将转印到记录介质表面上的色调剂图像定影的定影单元的装置；直接转印型装置，其将形成在电子照相感光体表面上的色调剂图像直接转印至记录介质；中间转印型装置，其将形成在电子照相感光体表面上的色调剂图像一次转移至中间转印体的表面，并将转印至中间转印体表面的色调剂图像二次转印至记录介质的表面；包括在充电前和色调剂图像转印后清洁电子照相感光体表面的清洁单元的装置；包括在充电前和色调剂图像转印后通过用除电光照射电子照相感光体表面而擦除电荷的除电单元的装置；以及包括升高电子照相感光体的温度以降低相对温度的电子照相感光体加热构件的装置。

[0253] 在使用中间转印型装置的情况下，转印单元被配置为包括表面上转印色调剂图像的中间转印体，将电子照相感光体表面上形成的色调剂图像一次转印至中间转印体表面的一次转印单元，和将中间转印体表面上形成的色调剂图像二次转印至记录介质表面的二次转印单元。

[0254] 本示例性实施方式的图像形成装置可以是干显影型图像形成装置和湿显影型(利用液体显影剂的显影型)图像形成装置中的任一种。

[0255] 在本示例性实施方式的图像形成装置中，例如，包括电子照相感光体的单元可以是可拆卸地安装至图像形成装置的盒结构(处理盒)。作为处理盒，例如，优选使用包括本示例性实施方式的电子照相感光体的处理盒。除了电子照相感光体之外，处理盒中可包括选自充电单元、静电潜像形成单元、显影单元和转印单元组成的组中的至少一种。

[0256] 下文中，将描述本示例性实施方式的图像形成装置的实例，但本发明不限于此。描述附图中所示的主要组件，但省略其它组件的描述。

[0257] 图2是示出了本示例性实施方式的图像形成装置的一个实例的示意性构造图。

[0258] 如图2所示，本示例性实施方式的图像形成装置100包括处理盒300，其包括电子照相感光体7、曝光设备9(静电潜像形成单元的实例)、转印设备40(一次转印设备)和中间转印体50。在图像形成装置100中，曝光设备9位于使曝光设备9通过处理盒300中的开口将光照射到电子照相感光体7的位置。转印设备40位于使转印设备40与电子照相感光体7相对的位置，中间转印体50在其间。中间转印体50设置为使得中间转印体50的一部分接触电子照相感光体7。虽然图中未示出，但还提供了将中间转印体50上的色调剂图像转印至记录介质(例如纸张)上的二次转印设备。中间转印体50、转印设备40(一次转印设备)和二次转印设备(图中未示出)对应于转印单元的实例。

[0259] 图2所示的处理盒300在外壳中整体地支持电子照相感光体7、充电设备8(充电单元的实例)、显影设备11(显影单元的实例)和清洁设备13(清洁单元的实例)。清洁设备13包括清洁刮板131(清洁构件的实例)，并且清洁刮板131设置为与电子照相感光体7的表面接触。清洁构件可以是代替清洁刮板131的导电或绝缘纤维构件。导电或绝缘纤维构件可单独或与清洁刮板131组合使用。

[0260] 图2示出了下述图像形成装置的实例，其包括将润滑剂14供应到电子照相感光体7的表面上的纤维构件132(辊状)和辅助清洁的纤维构件133(扁平刷状)。必要时可以设置这些构件。

[0261] 下面将描述本示例性实施方式的图像形成装置的各个组件。

[0262] -充电设备-

[0263] 作为充电设备8，使用接触型充电器，例如导电或半导电充电辊、充电刷、充电膜、充电橡胶刮板或充电管。此外，还使用本身已知的充电器，例如，非接触型辊式充电器或者使用电晕放电的高压电晕管(scorotron)充电器或电晕管(corotron)充电器。

[0264] -曝光设备-

[0265] 曝光设备9包括例如用来自半导体激光器、LED或液晶快门的光对电子照相感光体7的表面进行预期成像曝光的光学设备。光源的波长应在电子照相感光体的光谱灵敏度范围内。主流半导体激光器是具有约780nm的振荡波长的近红外激光器。然而，激光器的波长不限于此，还可使用振荡波长为约600nm的激光器或振荡波长为400nm至450nm的蓝光激光器。此外，能够输出多光束的表面发射型激光光源对于形成彩色图像是有效的。

[0266] -显影设备-

[0267] 显影设备11包括例如以接触或非接触方式用显影剂进行显影的常用显影设备。显影设备11没有特别限制，只要其具有上述功能即可，并且根据目的进行选择。显影设备包括例如使用刷或辊等使单组分显影剂或双组分显影剂附着于电子照相感光体7的功能的已知显影设备。其中，优选的是使用在其表面上保留显影剂的显影辊的显影设备。

[0268] 用于显影设备11的显影剂可以是仅含有色调剂的单组分显影剂，或者可以是含有色调剂和载体的双组分显影剂。显影剂可以是磁性或非磁性的。可使用公知的显影剂作为显影剂。

[0269] -清洁设备-

[0270] 使用包括清洁刮板131的清洁刮板型设备作为清洁设备13。

[0271] 除了清洁刮板型之外，可以采用毛刷清洁型或同时进行显影和清洁的类型。

[0272] -转印设备-

[0273] 转印设备40包括使用带、辊、膜或橡胶刮板等的接触型转印充电器，以及本身已知的转印充电器，例如使用电晕放电的高压电晕管转印充电器或电晕管转印充电器。

[0274] -中间转印体-

[0275] 作为中间转印体50，使用含有赋予了半导电性的聚酰亚胺、聚酰胺-酰亚胺、聚碳酸酯、聚芳酯、聚酯或橡胶等的带状构件(中间转印带)。作为中间转印体，除了带状构件之外，还可使用鼓状构件。

[0276] 图3是示出了本示例性实施方式的图像形成装置的另一实例的示意性构造图。

[0277] 图3示出的图像形成装置120是装配有四个处理盒300的串联型多颜色图像形成装置。在图像形成装置120中，四个处理盒300并排设置在中间转印体50上。一个电子照相感光体用于一种颜色。除了图像形成装置120是串联型之外，图像形成装置120与图像形成装置100具有相同的结构。

[0278] (分散剂附着的PTFE颗粒的其它应用)

[0279] 本示例性实施方式的分散剂附着的PTFE颗粒用作色调剂的外添剂或粉末涂料的外添剂。

[0280] 例如，在将分散剂附着的PTFE颗粒施用于色调剂颗粒的外添剂的情况下，例如使用含有色调剂颗粒和作为外添剂的分散剂附着的PTFE颗粒的静电荷图像显影色调剂作为色调剂。色调剂颗粒含有树脂(粘合剂树脂)。必要时，色调剂颗粒可含有其它添加剂，例如着色剂或防粘剂。

[0281] 在将分散剂附着的PTFE颗粒施用于粉末涂料的外添剂的情况下，例如使用含有粉末颗粒和作为外添剂的分散剂附着的PTFE颗粒的粉末涂料作为粉末涂料。粉末涂料含有热固性树脂和热固化剂。必要时，粉末颗粒可含有其它添加剂，例如着色剂。

[0282] 已经出于说明和描述的目的提供了对本发明实施方式的前述描述。其并非旨在穷举或将本发明限制于所公开的精确形式。显然，许多修改和变化对于本领域技术人员来说是显而易见的。选择和描述实施方式是为了最好地解释本发明的原理及其实际应用，从而使得本领域其他技术人员能够理解本发明的各种实施方式并且具有适合于预期的特定用途的各种修改。本发明的范围旨在由以下权利要求及其等同物限定。

[0283] 实施例

[0284] 在下文中，将参考实施例描述本发明，但本发明不应解释为限于此。除非另有说明，否则其中的所有“份”和“%”均以重量计。

[0285] 〈实施例1〉

[0286] -PTFE颗粒A的制备-

[0287] 以下述方式洗涤平均粒径为3.5μm(一次粒径为0.2μm)的市售PTFE颗粒，然后用含

氟分散剂处理以制备PTFE颗粒，其被称为PTFE颗粒A。

[0288] 将400重量份四氢呋喃和15重量份PTFE颗粒装入高压均化器(商品名，LA-33S，由Nanomizer Inc.制造)，将高压均化器的压力设定在500kg/cm^2，使上述混合物经过高压均化器4次以进行洗涤处理。将分散液用离心机处理，然后去除上层的透明液体。随后，向其中加入四氢呋喃使得四氢呋喃的量为415重量份，再用高压均化器对混合物进行分散处理，用离心机处理分散液，并去除上层的透明液体。再重复这些程序3次之后，向其中加入1.5重量份GF400(由Toagosei Co.,Ltd.制造，至少由作为聚合组分的具有氟化烷基的甲基丙烯酸酯组成的表面活性剂)作为含氟分散剂，然后向其中加入四氢呋喃使得四氢呋喃的量为415重量份，再用高压均化器对混合物进行分散处理，然后在减压下蒸馏出溶剂。在干燥之后，将所得颗粒在研钵中粉碎。所得颗粒被称为PTFE颗粒A。

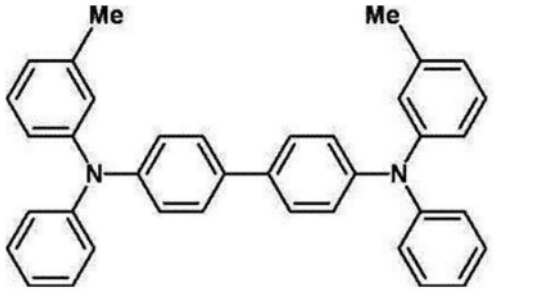
[0289] -PTFE颗粒A中PFOA含量的测量-

[0290] PTFE颗粒A中PFOA含量根据上文所述的方法测量，结果发现其为5ppb。

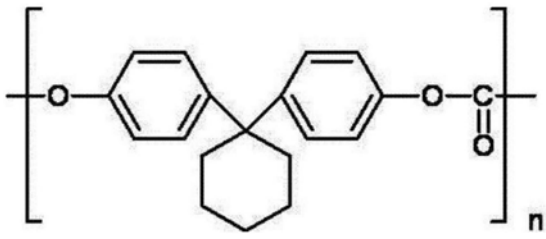
[0291] -PTFE组合物L-A的制备-

[0292] 将45份下示式(CT-1)表示的联苯胺化合物和55份具有下示式(B-1)表示的重复单元的聚合物化合物(粘度平均分子量为40,000)溶于350重量份甲苯和150份四氢呋喃中，向其中加入10份PTFE颗粒A，用高压均化器处理5次以制得PTFE组合物L-A。

[0293]



(CT-1)



(B-1)

[0294] -PTFE组合物L-A的评价-

[0295] 使用激光衍射粒径分布测量设备(Mastersizer 3000，由Malvern Instruments Ltd.制造)评价获得的PTFE组合物L-A中PTFE的分散状态，结果发现平均粒径为0.22μm。

[0296] -PTFE层状材料F-A的制备和评价-

[0297] 使用间隙涂布机将PTFE组合物L-A涂布在玻璃基材上，并在130℃下加热45分钟，从而制备膜厚度为5μm的PTFE层状材料F-A。获得的层状材料中PTFE颗粒的平均粒径为0.23μm。

[0298] -电子照相感光体A的制备-

[0299] 以下述方式制备感光体A。

[0300] 底涂层的形成

[0301] 将100份氧化锌(由TAYCA Corp.制造，平均粒径为70nm，比表面积为15m^2/g)搅拌

并与500份四氢呋喃混合，向其中加入1.3份硅烷偶联剂(KBM503，由Shin-Etsu Chemical Co.,Ltd.制造)，并搅拌2小时。然后，在减压下蒸馏出四氢呋喃，并在120℃进行3小时烘烤，以获得硅烷偶联剂表面处理的氧化锌。

[0302] 对110份氧化锌进行表面处理，并搅拌和混合500份四氢呋喃，向其中添加通过将0.6份茜素溶于50份四氢呋喃而获得的溶液，并在50℃下搅拌5小时。然后，将施加了茜素的氧化锌在减压下通过过滤分离，在减压下于60℃干燥，以获得施加有茜素的氧化锌。

[0303] 将60份添加了茜素的氧化锌、13.5份固化剂(封端异氰酸酯，Sumidur 3175，由Sumitomo Bayer Urethane Co.,Ltd.制造)、15份丁缩醛树脂(S-LEC BM-1，由Sekisui Chemical Co.,Ltd.制造)和85份甲基乙基酮混合以获得混合溶液。将38份混合溶液和25份甲基乙基酮混合并通过使用了直径为1 mmφ的玻璃珠的砂磨机分散2小时以获得分散液。

[0304] 对所得分散液添加0.005份作为催化剂的二月桂酸二辛基锡和45份硅树脂颗粒(Tospearl 145，由Momentive Performance Materials Japan Inc.制造)以获得底涂层用涂布溶液。通过浸涂法将底涂层用涂布溶液施加至直径47mm、长度357mm且壁厚1mm的铝基材，在170℃干燥固化30分钟以获得厚度为25μm的底涂层。

[0305] 电荷生成层的形成

[0306] 将1份羟基镓酞菁(在X射线衍射中7.5°、9.9°、12.5°、16.3°、18.6°、25.1°和28.3°的布拉格角(2θ±0.2°)处具有强衍射峰)与1份聚乙烯醇缩丁醛(S-LEC BM-S，由Sekisui Chemical Co.,Ltd.制造)和80份乙酸正丁酯混合，通过漆料搅拌器将混合物用玻璃珠分散处理1小时，以制备电荷生成层用涂布溶液。将电荷生成层用涂布溶液在形成在导电性基材上形成的底涂层上进行浸涂，并在100℃加热干燥10分钟以形成膜厚度为0.15μm的电荷生成层。

[0307] 电荷输送层的形成

[0308] 通过浸涂法将上述PTFE组合物L-A涂布在上述电荷生成层上，并在130℃加热45分钟以形成厚度为13μm的电荷输送层。

[0309] 通过上述程序制得各感光体。

[0310] -电子照相感光体A的评价-

[0311] 使用所得感光体进行下述评价。

[0312] 目视评价

[0313] 目视观察所得感光体的表面(电荷输送层的表面)。评价标准如下。

[0314] A:未观察到条纹。

[0315] B:观察到轻微的条纹状缺陷。

[0316] C:观察到明显的条纹状缺陷。

[0317] 图像品质的评价

[0318] 将所得感光体装载在图像形成装置(ApeosPort C4300，由Fuji Xerox Co.,Ltd.制造)中。使用该装置，在100张A4纸上输出5％的半色调图像。通过观察第一张纸和第100张纸上的图像来评价图像缺陷。评价标准如下。

[0319] A:未观察到图像缺陷。

[0320] B:用放大镜观察到轻微的图像缺陷(没有任何问题的水平)。

[0321] C:目视观察到图像缺陷。

[0322] D:观察到明显的条纹状图像缺陷。

[0323] <实施例2>

[0324] -PTFE颗粒B的制备-

[0325] 以与实施例1的相同方式洗涤平均粒径为4.5μm(一次粒径为0.2μm)的市售PTFE颗粒,然后用含氟分散剂处理以制得PTFE颗粒,其被称为PTFE颗粒B。

[0326] -PTFE颗粒B中PFOA含量的测量-

[0327] PTFE颗粒B中PFOA含量根据上文与PTFE颗粒A中所述相同的方法测量,结果发现其为0ppb。

[0328] -PTFE组合物L-B的制备-

[0329] 以与实施例1相同的程序制备PTFE组合物L-B,不同之处在于将PTFE颗粒A改为PTFE颗粒B。

[0330] -PTFE组合物L-B的评价-

[0331] 进行与实施例1相同的评价,不同之处在于将PTFE组合物L-A改为PTFE组合物L-B。所得结果在表1中示出。

[0332] -PTFE层状材料F-B的制备和评价-

[0333] 以与实施例1相同的程序进行PTFE层状材料F-B的制备和评价,不同之处在于将PTFE组合物L-A改为PTFE组合物L-B。所得结果在表1中示出。

[0334] -电子照相感光体B的制备-

[0335] 以与实施例1相同的程序制备电子照相感光体B,不同之处在于将PTFE组合物L-A改为PTFE组合物L-B。

[0336] -电子照相感光体B的评价-

[0337] 针对所得电子照相感光体B,进行与实施例1相同的评价。所得结果在表1中示出。

[0338] <实施例3>

[0339] 在实施例1的PTFE颗粒A的制备中,洗涤PTFE颗粒A使得PFOA的总量为25ppb,然后用含氟分散剂处理以制得PTFE颗粒,其被称为PTFE颗粒C。

[0340] 随后,以与实施例1相同的方式进行PTFE组合物L-C的制备和评价、PTFE层状材料F-C的制备和评价以及电子照相感光体C的制备和评价,不同之处在于使用PTFE颗粒C代替PTFE颗粒A。所得结果在表1中示出。

[0341] <比较例1>

[0342] 在实施例1的PTFE颗粒A的制备中,洗涤PTFE颗粒A使得PFOA的总量为30ppb,然后用含氟分散剂处理以制得PTFE颗粒,其被称为PTFE颗粒E。

[0343] 随后,以与实施例1相同的方式进行PTFE组合物L-E的制备和评价、PTFE层状材料F-E的制备和评价以及电子照相感光体E的制备和评价,不同之处在于使用PTFE颗粒E代替PTFE颗粒A。所得结果在表1中示出。

[0344] <实施例4>

[0345] (粉末涂料的制备和评价)

[0346] 使用实施例1中的PTFE颗粒A作为外添剂,以下述方式制备粉末涂料。

[0347] -聚酯树脂和固化剂复合分散液(E1)的制备-

[0348] 将180份乙酸乙酯和80份异丙醇的混合溶剂装入设置有冷凝器、温度计、滴水设备

和锚固叶片的带夹套的3升反应容器(BJ-30N,由Tokyo Rikakikai Co,Ltd.制造),同时将反应容器保持在40℃的水循环式恒温槽中,然后向其中装入下述组合物。

[0349] •聚酯树脂(PES1)[对苯二甲酸/乙二醇/新戊二醇/三羟甲基丙烷的缩聚物(摩尔比＝100/60/38/2(mol%),玻璃化转变温度＝62℃,酸值(Av)＝12mgKOH/g,羟值(OHv)＝55mgKOH/g,重均分子量(Mw)＝12,000,数均分子量(Mn)＝4,000]:240份

[0350] •封端异氰酸酯固化剂(VESTAGON B 1530,由Evonik Industries AG制造):60份

[0351] •安息香:1.5份

[0352] •丙烯酸低聚物(ACRONAL 4F,由BASF SE制造):3份

[0353] 在加入组合物后,使用三一电机(three-one motor)以150rpm搅拌混合物使其溶解,从而制备油相。在搅拌的同时将1份10重量%的氨水溶液和47份5重量%的氢氧化钠水溶液的混合液在5分钟内滴加至油相中,混合10分钟,然后以5份/分钟的速率向其中进一步滴加900份离子交换水以进行转相,从而获得乳化液。

[0354] 立即将800份所得乳化液和700份离子交换水放入2升茄型烧瓶中,并通过捕集泡(trap bulb)置于设有真空控制单元的蒸发器(由Tokyo Rikakikai Co,Ltd.制造)中。将茄型烧瓶在旋转的同时在60℃的热水浴中加热,通过小心暴沸的同时将压力降低至7kPa而除去溶剂。当溶剂的回收量为1100份时,压力返回正常压力(1标准大气压),用水冷却茄型烧瓶,从而获得分散液。所得分散液中没有溶剂气味。分散液中树脂颗粒的体积平均粒径为145nm。其后,添加阴离子型表面活性剂(Dowfax 2A1,由The Dow Chemical Company制造,有效组分的量为45重量%)并进行混合,使得其有效组分相对于分散液中树脂组分的量为2重量%,向其中加入离子交换水以进行调节,使得固形物浓度为25重量%。所得分散液被称为聚酯树脂和固化剂复合分散液(E1)。

[0355] -白色颜料分散液(W1)的制备-

[0356] •氧化钛(A-220,由Ishihara Sangyo Kaisha,Ltd.制造):100份

[0357] •阴离子型表面活性剂(Neogen RK,由Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co.,Ltd.制造):15份

[0358] •离子交换水:400份

[0359] •0.3mol/l硝酸:4份

[0360] 将上述组分混合并溶解,然后使用高压冲击分散机Altimizer(HJP 30006,由Sugino Machine Ltd.制造)分散3小时,以制备其中分散有氧化钛的白色颜料分散液。使用激光衍射粒度分布测量设备进行测量的结果是,分散液中氧化钛的体积平均粒径为0.28μm,白色颜料分散液的固形物比率为25%。

[0361] -白色粉末颗粒(PC1)的制备-

[0362] •聚酯树脂和固化剂复合分散液(E1):180份(固形物为45份)

[0363] •白色颜料分散液(W1):160份(固形物为40份)

[0364] •离子交换水:200份

[0365] 通过使用均化器(Ultra-Turrax T50,由IKA Works,Inc.制造)将上述组分混合并溶解在不锈钢圆底烧瓶中。然后,使用1.0重量%的硝酸水溶液将pH调节至3.5。向其中加入0.50份10重量%的聚氯化铝水溶液,并使用Ultra-Turrax连续进行分散操作。

[0366] 设置搅拌器和覆套加热器,调节搅拌器转数的同时使温度升高到50℃,使得浆料

充分搅拌,浆料在50℃保持15分钟,然后用TA-II型Coulter计数器(由Beckman Coulter,Inc.制造,孔径:50μm)测量凝集颗粒的粒径,当体积平均粒径为5.5μm时,将作为壳的60份聚酯和固化剂复合分散液(E1)缓慢装入烧瓶中(投入壳)。

[0367] 在投入壳后将烧瓶保持30分钟,然后使用5%氢氧化钠水溶液将pH设定为7.0。之后,将温度升至85℃并保持2小时。

[0368] 反应完成后,将烧瓶中的溶液冷却并过滤,得到固形物。然后,用离子交换水洗涤固形物,并通过Nutsche型抽滤进行固液分离,再次得到固形物。

[0369] 随后,在40℃将固形物再次分散在3升离子交换水中,并以300rpm搅拌并洗涤15分钟。洗涤操作重复5次,通过Nutsche型抽滤进行固液分离得到的固形物经真空干燥12小时,得到芯-壳型白色粉末颗粒(PC1)。

[0370] 作为白色粉末颗粒(PC1)的粒径的测量结果,体积平均粒径D50v为6.8μm,体积粒径分布指数GSDv为1.24,平均圆形度为0.97。

[0371] -白色粉末涂料的制备-

[0372] 使用亨舍尔混合机以32m/s的圆周速度将100份白色粉末颗粒(PC1)、0.6份作为外添剂的二氧化硅颗粒(Aerosil RX200,由Nippon Aerosil Co.,Ltd.制造)和3份作为外添剂的各实施例的分散剂附着的PTFE颗粒混合10分钟,然后通过使用筛孔尺寸为45μm的筛子除去粗颗粒,得到白色粉末涂料。

[0373] -评价-

[0374] 使用所得白色粉末涂料进行下述评价。

[0375] 将粉末涂料放入由Asahi Sunac Corp.制造的电晕枪XR4-110C中。

[0376] 由Asahi Sunac Corp.制造的电晕枪XR4-110C相对于30cm×30cm的镜面抛光铝板的方形测试板垂直和水平滑动,其距离面板前表面30cm的距离(面板和电晕枪的排出口之间的距离),以排出粉末涂料并使其静电附着在面板上,从而形成附着层。电晕枪的施加电压设定为80kV,输入空气压力设定为0.55MPa,排出量设定为200g/分钟,附着于面板的粉末涂料的附着量设定为50g/m^2、90g/m^2、180g/m^2或220g/m^2以进行4次涂布。

[0377] 随后,将各面板放入设定为180℃的高温室中并加热(烘烤)30分钟。

[0378] 通过触摸法和目视观察评价获得的涂布膜。评价标准如下所示。

[0379] A:通过触摸法和目视观察没有发现任何问题。

[0380] B:通过目视观察识别到轻微的不均匀性(没有任何问题的水平)。

[0381] C:通过触摸法识别到突出(没有任何问题的水平)。

[0382] D:通过视觉观察识别到不均匀性并且通过触摸法识别到突出。

[0383] <实施例5和6以及比较例2>

[0384] (粉末涂料的制备和评价)

[0385] 以与实施例4相同的方式制备和评价粉末涂料,不同之处在于使用实施例2和3与比较例1中的PTFE颗粒B至E。

[0386] 上述实施例在表1和表2列出。

[0387]

表 1

	分散剂附着的 PTFE 颗粒		液体 PTFE 组合物		层状 PTFE 组合物		电子照相感光体			
	名称	评价 PEOA 含量	名称	评价 平均粒径	名称	评价 平均粒径	名称	评价 目视评价	评价 第 1 张纸的图像质量	评价 第 100 张纸的图像质量
实施例 1	PTFE 颗粒 A	5 ppb	PTFE 组合物 L-A	0.22	PTFE 组合物 F-A	0.23	电子照相感光体 A	A	A	A
实施例 2	PTFE 颗粒 B	0 ppb	PTFE 组合物 L-B	0.21	PTFE 组合物 F-B	0.22	电子照相感光体 B	A	A	A
实施例 3	PTFE 颗粒 C	25 ppb	PTFE 组合物 L-C	0.22	PTFE 组合物 F-C	0.24	电子照相感光体 C	A	A	A
比较例 1	PTFE 颗粒 E	30 ppb	PTFE 组合物 L-E	0.25	PTFE 组合物 F-E	0.35	电子照相感光体 E	C	C	D

[0388] 表2

[0389]

		评价
实施例 4	PTFE 颗粒 A	A
实施例 5	PTFE 颗粒 B	A
实施例 6	PTFE 颗粒 C	B
比较例 2	PTFE 颗粒 E	D

[0390] 从上面所示的结果可以看出，与比较例相比，在实施例中，感光体的评价和粉末涂料的评价都获得了令人满意的结果。

[0391] 因此，可以看出，即使混合组分的状态改变，本示例性实施方式的PTFE颗粒分散液(和分散剂附着的PTFE颗粒)也具有分散状态的高保持性。

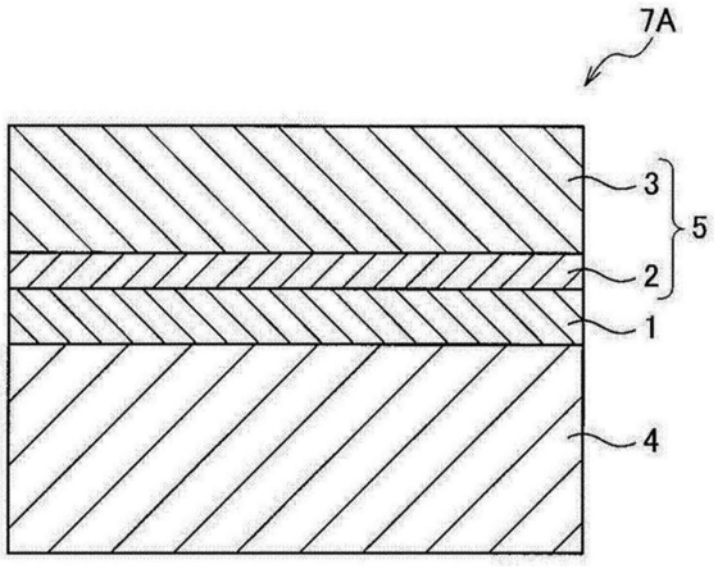


图1

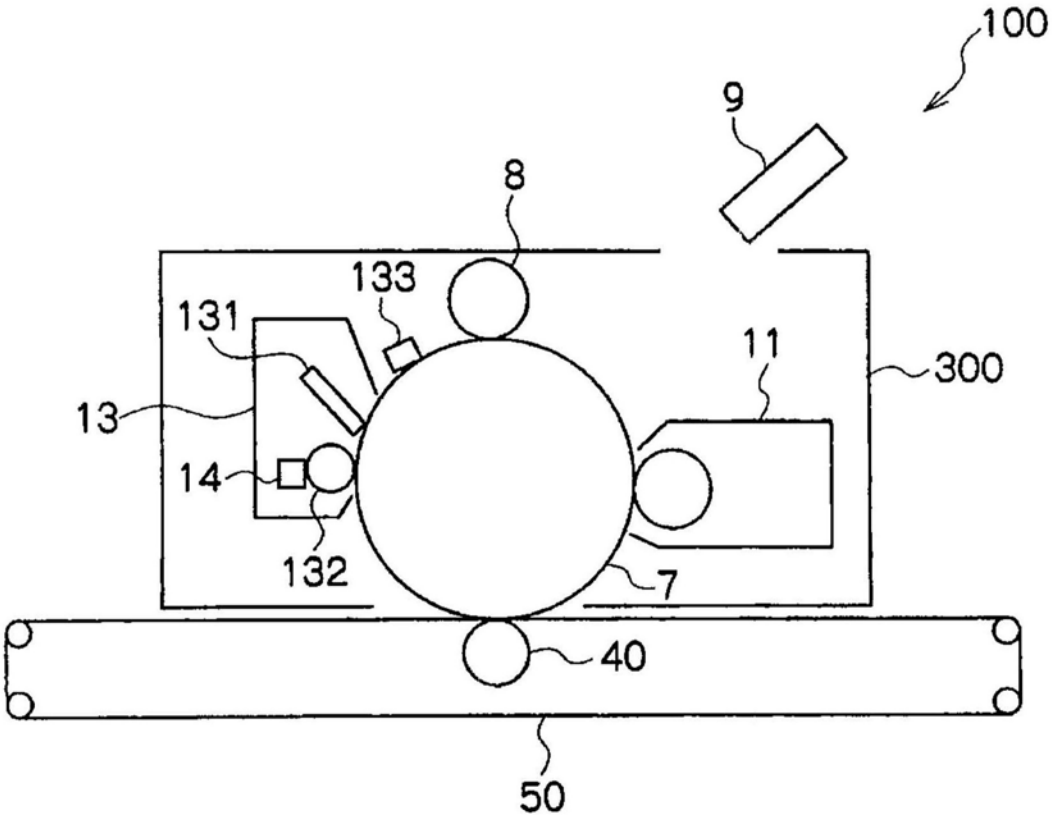


图2

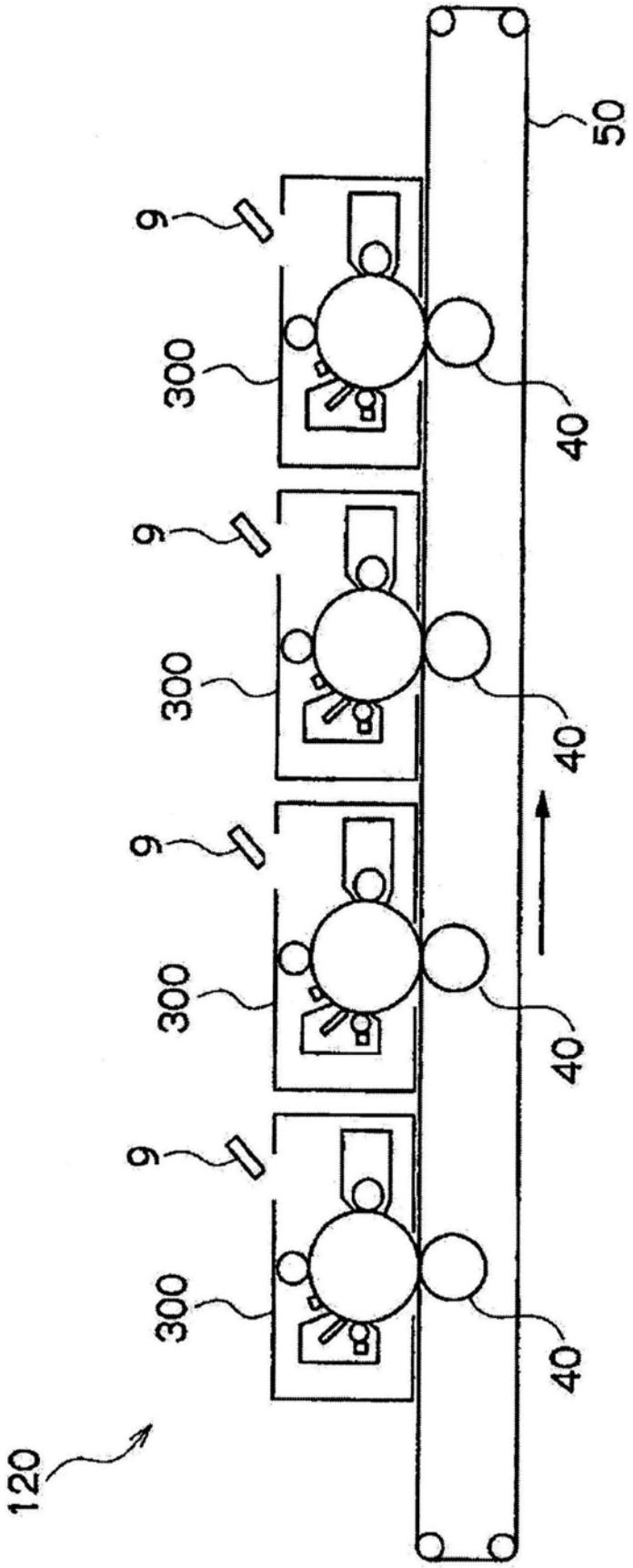


图3