

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5486320号  
(P5486320)

(45) 発行日 平成26年5月7日(2014.5.7)

(24) 登録日 平成26年2月28日(2014.2.28)

(51) Int.Cl.

F 1

G03G 5/00 (2006.01)  
G03G 5/147 (2006.01)G03G 5/00 101  
G03G 5/147 502

請求項の数 2 (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願2010-6648 (P2010-6648)  
 (22) 出願日 平成22年1月15日 (2010.1.15)  
 (65) 公開番号 特開2011-145507 (P2011-145507A)  
 (43) 公開日 平成23年7月28日 (2011.7.28)  
 審査請求日 平成25年1月11日 (2013.1.11)

(73) 特許権者 000001007  
 キヤノン株式会社  
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号  
 (74) 代理人 100094112  
 弁理士 岡部 譲  
 (74) 代理人 100096943  
 弁理士 白井 伸一  
 (74) 代理人 100101498  
 弁理士 越智 隆夫  
 (74) 代理人 100107401  
 弁理士 高橋 誠一郎  
 (74) 代理人 100106183  
 弁理士 吉澤 弘司  
 (74) 代理人 100128668  
 弁理士 斎藤 正巳

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】電子写真感光体の製造方法

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

硬化性材料を含有する表面層用塗料の塗布膜を複数の円筒状の被照射体上にそれぞれ形成し、該塗布膜に放射線を照射し該硬化性材料を硬化させて形成された表面層を有する電子写真感光体を複数製造する電子写真感光体の製造方法であって、

複数の該被照射体に一回の照射で該放射線を同時に照射できる被照射位置として、該被照射位置が第1～n (nは2以上の整数) 番まである装置を用い、

下記の(i)～(i i i)の工程を経て処理することを特徴とする電子写真感光体の製造方法：

(i) 該被照射体を第1番目から第n番目までの該被照射位置に順次搬送する工程、  
 (i i) 該被照射体を該被照射位置に搬送した毎に、該被照射位置において、該被照射体を回転させながら該放射線を照射する工程、  
 (i i i) (i) および (i i) の工程を繰り返して、複数の該被照射体毎に第1番目から第n番目までの該被照射位置でn回の照射を行なう工程。

## 【請求項 2】

前記放射線が電子線である請求項1に記載の電子写真感光体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、硬化層を有する複数の電子写真感光体を連続的に処理する電子写真感光体の

製造方法に関するものである。

**【背景技術】**

**【0002】**

近年、生産性が高く、安価に作成できる有機光導電性物質を用いた電子写真感光体が広く用いられるようになってきた。特に、有機光導電性染料や顔料を含有した電荷発生層と、光導電性ポリマーや低分子の電荷輸送材料を含有した電荷輸送層を積層した機能分離型感光体の開発により、従来の電子写真感光体の課題とされていた感度や、耐久性に改善がなされてきており、これが電子写真感光体の主流となってきている。

**【0003】**

一方、当然のことながら、電子写真感光体には適用される電子写真プロセスに応じた感度、電気特性、光学特性を備えていることが要求される。特に、繰り返し使用される感光体にあっては、その感光体表面には帯電、画像露光、トナー現像、被転写体への転写、残トナーのクリーニングにより電気的、機械的外力が直接加えられるため、それらに対する耐久性が求められる。具体的には、摺擦による表面の摩耗や傷の発生に対する耐久性、帯電による表面劣化、例えば転写効率や滑り性の低下、更には感度劣化、帯電能の低下、電気特性の劣化に対する耐久性が要求される。

10

**【0004】**

一般に、電子写真感光体は薄い樹脂層から構成されるため、樹脂材料の特性が非常に重要な要素である。上述の諸条件をある程度満足する樹脂として、近年アクリル樹脂やポリカーボネート樹脂が実用化されているが、前述したような特性のすべてがこれらの樹脂で満足されるわけではない。特に感光体の高耐久化を図る上では、前記樹脂の被膜強度は十分に高いとは言い難い。これらの樹脂を表面層形成用の樹脂として用いた場合でも、繰り返し使用時において表面層の摩耗が起こるという課題があった。

20

**【0005】**

更に、近年の電子写真感光体の高感度化に対する要求から、感光体に対して電荷輸送材料などの低分子量化合物が比較的大量に添加される場合が多い。この場合、それら低分子量物質の可塑剤的な作用により、膜強度が低下し、繰り返し使用時の表面層の摩耗が課題となっている。

**【0006】**

これらの課題を解決する手段として、硬化性の樹脂を電荷輸送層用の樹脂として用いる試みが提案されている（特許文献1）。特許文献1には、電荷輸送層用の樹脂に硬化性の樹脂を用い、電荷輸送層を硬化、架橋することによって膜強度を増加させ、繰り返し使用時の耐摩耗性および耐傷性を大きく向上させることができることが開示されている。

30

**【0007】**

更に、膜強度を向上させる手段として、硬化性の樹脂を含有する表面層に電子線を照射して硬化させた硬化層を有する電子写真感光体が提案されており、それらの中で未反応基の残存率を規定した提案がある（特許文献2）。しかしながら硬化性材料の硬化度は膜強度に大きく寄与するため、電子写真感光体を連続的に処理する場合、硬化度を略一定にする必要がある。

**【0008】**

40

一方、電子写真感光体に電子線を照射する製法としては、複数の照射線源から照射する製法（特許文献3）や、照射線工程が2工程以上ある製法（特許文献4）、搬送機構体が周回して照射する製法（特許文献5）が提案されている。

**【先行技術文献】**

**【特許文献】**

**【0009】**

【特許文献1】特開平2-127652号公報

【特許文献2】特開2005-49579号公報

【特許文献3】特開2004-198576号公報

【特許文献4】特開2005-91741号公報

50

【特許文献 5】特開 2002 - 362309 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

しかしながら、複数の電子写真感光体を連続的に処理する場合、硬化度のばらつきを抑えるためには被照射体毎の吸収線量を均一にする必要があり、照射前の被照射体には僅かな電子線も受けない位置で待機させる装置構成となっていた。このため、装置の大型化や搬送時間、処理時間が長くなり、生産性が充分ではなかった。

【0011】

本発明の目的は、硬化層を有する複数の電子写真感光体を連続的に処理する際に、効率的かつ、硬化度のばらつきを抑制できる電子写真感光体の製造方法を提供することにある。  
10

【課題を解決するための手段】

【0012】

すなわち、本発明は、硬化性材料を含有する表面層用塗料の塗布膜を複数の円筒状の被照射体上にそれぞれ形成し、該塗布膜に放射線を照射し該硬化性材料を硬化させて形成された表面層を有する電子写真感光体を複数製造する電子写真感光体の製造方法であって、複数の該被照射体に一回の照射で該放射線を同時に照射できる被照射位置として、該被照射位置が第 1 ~ n (n は 2 以上の整数) 番まである装置を用い、下記の (i) ~ (iii) の工程を経て処理することを特徴とする電子写真感光体の製造方法に関する。  
20

(i) 該被照射体を第 1 番目から第 n 番目までの該被照射位置に順次搬送する工程、  
(ii) 該被照射体を該被照射位置に搬送した毎に、該被照射位置において、該被照射体を回転させながら該放射線を照射する工程、  
(iii) (i) および (ii) の工程を繰り返して、複数の該被照射体毎に第 1 番目から第 n 番目までの該被照射位置で n 回の照射を行なう工程。

【発明の効果】

【0013】

本発明により、効率的かつ、硬化度のばらつきを最小限に抑制できる電子写真感光体の製造方法を提供することが可能となった。

【図面の簡単な説明】

30

【0014】

【図 1】本発明の実施例で使用する電子線照射装置の概略構成図の一例である。

【図 2】本発明の実施例で使用する電子線照射装置の概略構成図の一例である。

【図 3】本発明の実施例で使用する電子線照射装置の概略構成図の一例である。

【図 4】本発明の実施例で使用する電子線照射装置の概略構成図の一例である。

【図 5】本発明の実施例で使用する電子線照射装置の概略構成図の一例である。

【図 6】本発明の実施例で使用する電子線照射装置の概略構成図の一例である。

【図 7】本発明の参考例で使用する電子線照射装置の概略構成図の一例である。

【発明を実施するための形態】

【0015】

40

本発明に適用できる被照射体について説明する。

本発明の被照射体は、円筒状の支持体上に表面層（硬化層）用の塗布膜が塗布されたものである。

【0016】

支持体としては、導電性を有するもの（導電性支持体）が好ましく、例えば、アルミニウム、銅、クロム、ニッケル、亜鉛及びステンレスのような金属や合金を成形したもの、アルミニウム及び銅のような金属箔をプラスチックにラミネートしたもの、アルミニウム、酸化インジウム及び酸化錫を円筒状プラスチックに蒸着したもの、導電性物質を単独又は結着樹脂と共に塗布して導電層を設けた金属、プラスチック及び紙が挙げられる。

【0017】

50

本発明において、導電性支持体の上にはバリアー機能と接着機能をもつ下引き層を設けることができる。下引き層は、感光層の接着性改良、塗工性改良、支持体の保護、基体上の欠陥の被覆、支持体からの電荷注入性改良、感光層の電気的破壊に対する保護のために形成される。下引き層の材料としては、ポリビニルアルコール、ポリ-N-ビニルイミダゾール、ポリエチレンオキシド、エチルセルロース、エチレン-アクリル酸共重合体、カゼイン、ポリアミド、N-メトキシメチル化6ナイロン、共重合ナイロン、にかわ、ゼラチンが知られている。これらはそれぞれに適した溶剤に溶解されて支持体上に塗布される。その際の膜厚としては0.1μm以上2μm以下が好ましい。

## 【0018】

本発明に適用できる被照射体は、導電性支持体上に少なくとも感光層と表面層を積層する。感光層の構成としては、電荷発生層、電荷輸送層をこの順に積層した機能分離型構成、又は逆に電荷輸送層、電荷発生層をこの順に積層した構成をとることも可能である。また、電荷発生物質と電荷輸送物質を結着樹脂中に分散した単層より構成される単層構成をとることも可能である。

## 【0019】

本発明に適用する感光層が機能分離型である場合には、電荷発生層及び電荷輸送層を積層する。電荷発生層に用いる電荷発生物質としては、ピリリウム、チアピリリウム系染料、各種の中心金属及び結晶系、具体的には例えば、 $\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2\text{Na}$ 、 $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{CO}_2\text{Na}$ 、 $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CO}_2\text{Na}$ 、 $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CO}_2\text{Na}$ 、X型の結晶型を有するフタロシアニン化合物、アンスアントロン顔料、ジベンズピレンキノン顔料、ピラントロン顔料、トリスアゾ顔料、ジスアゾ顔料、モノアゾ顔料、インジゴ顔料、キナクリドン顔料、非対称キノシアニン顔料、キノシアニンが挙げられる。

## 【0020】

感光層が機能分離型の場合、電荷発生層は前記電荷発生物質を質量比で0.3倍量以上4倍量以下の結着剤樹脂及び溶剤と共にホモジナイザー、超音波分散、ボールミル、振動ボールミル、サンドミル、アトライター又はロールミルの方法で良く分散し、分散液を塗布、乾燥されて形成される。または前記電荷発生物質の蒸着膜、又は、単独組成の膜として形成される。その膜厚は5μm以下、特に0.1μm以上2μm以下の範囲であること好ましい。

## 【0021】

また、電荷輸送物質としては、ヒドラゾン系化合物、ピラゾリン系化合物、オキサゾール系化合物、チアゾール系化合物、トリアリールメタン系化合物、ポリアリールアルカン類が挙げられる。

## 【0022】

一般的には、電荷輸送層は上記電荷輸送物質を成膜性の樹脂、例えばポリカーボネート樹脂、ポリアリレート樹脂、ポリスチレン、ポリメチルメタクリレート樹脂と混合し、成膜して電荷輸送層とする。その膜厚は40μm以下、特に10μm以上25μm以下の範囲であることが好ましい。

## 【0023】

本発明に適用できる表面層用の塗布膜は硬化性材料を含有する。硬化性材料とは、電子線照射あるいは電子線照射に更に熱を加えることで架橋又は重合して、硬化することができる化合物である。硬化性材料としては例えば、アクリロイルオキシ基又はメタクリロイルオキシ基を有する有機化合物が挙げられる。表面層用溶剤への溶解性、感光体の電気特性、膜強度の確保の観点から、アクリロイルオキシ基を1つあるいは複数有するアリールアミン系化合物であることが好ましい。表面層の膜厚は15μm以下、特に2μm以上10μm以下の範囲であることが好ましい。

## 【0024】

本発明の表面層用の塗布膜には各種添加剤を添加することができる。該添加剤とは、重合開始剤、重合禁止剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、無機顔料、テトラフルオロエチレン樹脂粒子、フッ化カーボンが挙げられる。

## 【0025】

10

20

30

40

50

次に、本発明の製造方法について説明する。

#### 【0026】

本発明は、硬化性材料を含有する表面層用塗料の塗布膜を複数の円筒状の被照射体上に  
それぞれ形成し、該塗布膜に放射線を照射し該硬化性材料を硬化させて形成された表面層  
を有する電子写真感光体を複数製造する電子写真感光体の製造方法である。本発明の製造  
方法においては、複数の該被照射体に一回の照射で該放射線を同時に照射できる被照射位置  
として、該被照射位置が第1～n（nは2以上の整数）番まである装置を用いる。この  
装置を用いた本発明の電子写真感光体の製造方法では、下記の（i）～（iii）の工程：  
 （i）該被照射体を第1番目から第n番目までの該被照射位置に順次搬送する工程、（ii）該被照射体を該被照射位置に搬送した毎に、該被照射位置において、該被照射体を回転させながら該放射線を照射する工程、（iii）（i）および（ii）の工程を繰り返して、複数の該被照射体毎に第1番目から第n番目までの該被照射位置でn回の照射を行なう工程、を経て処理することを特徴としている。

#### 【0027】

まず、本発明における塗布工程について説明する。

塗布工程とは、硬化性材料を含有する表面層用塗料を被照射体に塗布する工程である。  
 塗布方法としては例えば、浸漬塗布法、スプレー塗布法、カーテン塗布法及びスピンドル塗布法が挙げられるが、効率性や生産性の観点から浸漬塗布法が好ましい。使用する塗布機には必要に応じて、循環ポンプ、攪拌手段、温度調節手段、濾過手段、圧力調整手段のような補助手段を設けてもよい。

#### 【0028】

次に、本発明における電子線照射工程について説明する。

電子線照射工程とは、上述の塗布工程にて被照射体上に形成された硬化性材料を含有する塗布膜に電子線を照射する工程である。本発明に使用できる電子線照射装置は、スキャニング型、カーテンビーム型、プロードビーム型、パルス型及びラミナー型のいずれのものでもよいが、円筒体の円筒軸方向に均一に電子線照射するという観点から、カーテンビーム型の電子線照射装置を用いることが好ましい。

#### 【0029】

電子線照射条件としては、加速電圧、ビーム電流、照射距離、電子線照射窓箔の材質、被照射体の回転速度が挙げられる。加速電圧は150kV以下が好ましく、より好ましくは90kV以下である。加速電圧が150kVを越えると感光体電気特性の劣化が起こることがある。ビーム電流については電子線照射装置の個体差があるが、ビーム電流と吸収線量は概ね比例関係にあり、吸収線量でいえば1kGy以上100kGy以下の範囲が好ましく、更に5kGy以上20kGy以下の範囲が好ましい。吸収線量が1kGyよりも少ない場合には硬化が不充分となり易く、吸収線量が100kGyを超える場合には感光体電気特性の劣化が起こることがある。尚、吸収線量の測定には、例えば、米国FAR WEST TECHNOLOGY社のナイロン製の線量測定用フィルムを用いたフォトクロミック法を適用すればよい。照射距離は5mm以上50mm以下の範囲で適宜設定すればよい。電子線照射窓箔の材質は、チタン、シリコン、ベリリウム、アルミニウムから適宜選択できる。

#### 【0030】

被照射体の回転速度は50rpm以上500rpm以下の範囲で適宜決定すればよい。回転速度が50rpmよりも低い場合には円筒体の周方向における吸収線量の均一性が不充分となり易く、500rpmを越える場合には回転フレを増大させ易く回転駆動装置の負荷が大きくなり易い。

#### 【0031】

電子線照射時の雰囲気に関しては、オゾンの発生抑制及び安定した硬化度を得る観点から、窒素、ヘリウム、アルゴンのような不活性ガス中で行なうことが好ましい。不活性ガスのうち、安価である点から窒素を用いることがより好ましい。電子線照射時における雰囲気の酸素濃度は、1ppm以上1000ppm以下の範囲が好ましく、更に1ppm以上

500 ppm以下の範囲であることが好ましい。

**【0032】**

複数の電子写真感光体を連続的に処理する場合、上記電子線照射時の酸素濃度は略一定にする必要がある。被照射体毎に酸素濃度がばらつくと後述の硬化度のばらつきが大きくなるため、酸素濃度のばらつきは20 ppm以内に抑えることが好ましく、更には10 ppm以内がより好ましい。

**【0033】**

次に、本発明における複数の電子写真感光体を連続的に処理する電子線照射装置について説明する。

図1～図4は本発明の実施例で使用する電子線照射装置の概略構成図の一例である。本実施例で用いる電子線照射装置は図1に示すように、電子線照射ユニット1と電子線照射室2から構成されている。電子線照射ユニット1は、電子線を発生するターミナル3と、ターミナル3で発生した電子線を真空空間(加速空間)で加速する加速管4とを有するものである。加速管4の内部は、電子が気体分子と衝突してエネルギーを失うことを防ぐため、拡散ポンプ(不図示)等により $10^{-4}$  Pa以上 $10^{-6}$  Pa以下の真空に保たれている。ターミナル3は、熱電子を放出する線状のフィラメント5と、フィラメント5で発生した熱電子をコントロールするグリッド6とを有する。フィラメント5及びグリッド6の団面奥行き方向の長さは、少なくとも被照射体の電子線が照射されるべき部分の円筒軸方向の長さより長くすれば、被照射体の円筒軸方向は1回の電子線照射で全体が照射可能である。また、電子線照射ユニット1には、フィラメント5を加熱して熱電子を発生させるための加熱用電源(不図示)が設けられている。また、電子線照射ユニット1には、フィラメント5とグリッド6との間に電圧を印加する制御用直流電源(不図示)と、グリッド6と照射窓部に設けられた窓箔7との間に電圧を印加する加速用直流電源(不図示)とが設けられている。なお、加速管4及び電子線照射室2の周囲は、電子線照射時に二次的に発生するX線が外部へ漏出しないように鉛製遮蔽壁8で覆われている。照射窓部は、金属箔からなる窓箔7と、窓箔7を冷却と共に窓箔7を支持する窓枠支持体9とを有するものである。窓箔7は、電子線発生部の真空雰囲気と電子線照射室2内の不活性ガス雰囲気とを仕切るものであり、また窓箔7を介して電子線照射室2内に電子線を取り出すものである。加熱用電源によりフィラメント5に電流を通じて加熱するとフィラメント5は熱電子を放出し、この熱電子は、フィラメント5とグリッド6との間に印加された制御用直流電源の制御電圧により四方八方に引き寄せられる。このうち、グリッド6を通過したものだけが電子線10として有効に取り出される。そして、このグリッド6から取り出された電子線10は、グリッド6と窓箔7との間に印加された加速用直流電源の加速電圧により加速管内の加速空間で加速された後、窓箔7を突き抜け、電子線照射室2内の照射エリアAにある3ヶ所の被照射位置A1、A2、A3に照射される。なお、通常は、加熱用電源と加速用直流電源とを所定の値に設定し、制御用直流電源を可変にすることにより、ビーム電流の調整が可能となる。

**【0034】**

電子線照射室2は入口シャッター11と出口シャッター12で開閉が可能となっており、入口から出口にかけて搬送コンベア13が矢印Xの方向に貫通している。更に、不活性ガスが注入された電子線照射室2内には、照射エリアAと僅かな電子線も受けない照射前エリアBがあり、照射前エリアBには5ヶ所の照射待機位置B1～B5がある。生産性の観点から、電子線照射室2は極力小さくすることが好ましいが、照射前の不活性ガス中のエージング時間が短すぎると硬化度が不安定になるため、塗布膜近傍も充分な酸素濃度になるよう照射前エリアBを設けることが好ましい。

**【0035】**

また、被照射位置A1～A3と照射待機位置B1～B5の各々隣接する位置間の距離Lはいずれも等間隔に配置されており、搬送コンベア13により複数の被照射体14をそれぞれの位置に搬送できる構成となっている。

**【0036】**

10

20

30

40

50

本発明では、図1～図4に示すような工程に従い、複数の電子写真感光体を製造することができる。

まず、図1に示すように、入口シャッター11から搬送された5本の被照射体が照射待機位置B1～B5に配置されている。

続いて、図2に示すように、照射待機位置B1～B5の被照射体を、順次、被照射位置A1、照射待機位置B2～B5に搬送し、被照射位置A1に搬送された被照射体は回転しながら電子線照射を受ける。なお、搬送により空きとなった照射待機位置B1には、順次、搬送コンベア13により入口シャッター11から新たな被照射体を供給することができる。

被照射位置A1での照射が終了したら、図3のように、順次、被照射体を搬送し、被照射位置A1、A2に搬送された被照射体は回転しながら同時に電子線照射を受ける。10

更に、図4のように搬送した後、3本の被照射体は回転しながら同時に電子線照射を受け、被照射位置A3の被照射体は出口シャッター12から排出される。

上述の工程を繰り返すことで、複数の被照射体毎に第1番目から第n番目までの被照射位置で常にn回の照射を等しく行なうことができる。

#### 【0037】

次に、硬化層の膜強度及び硬化度について説明する。

硬化性材料を硬化して形成した表面層を有する電子写真感光体表面の膜強度は、硬化に寄与する官能基の硬化度が高いほど良好である。したがって、硬化後の感光体表面において硬化性材料の未硬化官能基の残存程度を評価することによって、膜強度を代用評価することができる。未硬化官能基としてアクリロイルオキシ基の場合、末端オレフィン(  $\text{CH}_2 =$  )が挙げられる。この末端オレフィン(  $\text{CH}_2 =$  )の残存量を評価するには、感光体表面層の断片をサンプルとして赤外分光反射法を用いる方法が挙げられる。赤外分光反射法において、アクリロイルオキシ基の末端オレフィン(  $\text{CH}_2 =$  )のピーク面積を分子とし、アクリロイルオキシ基のカルボニル(  $\text{C} = \text{O}$  )のピーク面積を分母としたピーク面積比を算出すればよい(以下、このピーク面積比を未硬化残存基IRピーク比と呼ぶ)。赤外分光スペクトルにおけるピーク波数は、分子構造や硬化による影響を受けるため、硬化性材料等によって異なる場合が多い。例えば、硬化されたアクリロイルオキシ基を有するアリールアミン系化合物の場合、アクリロイルオキシ基のカルボニル(  $\text{C} = \text{O}$  )伸縮振動に基づくピークは、 $1725\text{cm}^{-1}$ 付近に見られ、末端オレフィン(  $\text{CH}_2 =$  )面内変角振動に基づくピークは $1405\text{cm}^{-1}$ 付近に見られる。2030

#### 【実施例】

#### 【0038】

以下、本発明を実施例にしたがってより詳細に説明する。ただし、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、実施例中の「部」は「質量部」を意味する。

#### 【0039】

##### (実施例1)

直径 $30\text{mm}$ 、長さ $357.5\text{mm}$ の表面切削加工されたアルミニウムシリンダーを支持体(円筒状支持体)とした。

次に、導電性粒子としての酸素欠損型 $\text{SnO}_2$ を被覆した $\text{TiO}_2$ 粒子(粉体抵抗率 $100\cdot\text{cm}$ 、 $\text{SnO}_2$ の被覆率(質量比率)は40%)55部、結着樹脂としてのフェノール樹脂(商品名:プライオーフェンJ-325、大日本インキ化学工業(株)製、樹脂固形分60%)36.5部、溶剤としてのメトキシプロパノール35部を、直径 $1\text{mm}$ のガラスピーブズを用いたサンドミルで3時間分散して、分散液を調整した。

この分散液に、表面粗し付与材としてのシリコーン樹脂粒子(商品名:トスパール120、GE東芝シリコーン(株)製、平均粒径 $2\mu\text{m}$ )3.9部、レベリング剤としてのシリコーンオイル(商品名:SH28PA、東レ・ダウコーニング・シリコーン(株)製)0.001部を添加して攪拌し、導電層用塗料を調製した。

上記方法にて調製した導電層用塗料を、上記支持体上に浸漬法によって塗布し、温度150℃に加熱されたオープン内で1時間、加熱硬化することにより、支持体上端から174050

0 mm の位置の平均膜厚が 1.5 μm の導電層を形成した。

【0040】

次に、以下の成分をメタノール 400 部 / n - ブタノール 200 部の混合液に溶解した中間層用塗料を、上記導電層上に浸漬塗布し、温度 100 ℃ に加熱されたオーブン内で 30 分間、加熱乾燥することにより、支持体上端から 170 mm 位置の平均膜厚が 0.45 μm の中間層を形成した。

共重合ナイロン樹脂

10 部

(商品名：アミラン CM 8000、東レ(株)製)

メトキシメチル化 6 ナイロン樹脂

30 部

(商品名：トレジン EF - 30T、帝国化学(株)製)

10

次に、以下の成分を、直径 1 mm ガラスビーズを用いたサンドミル装置で 4 時間分散した後、酢酸エチル 700 部を加えて電荷発生層用塗料を調製した。

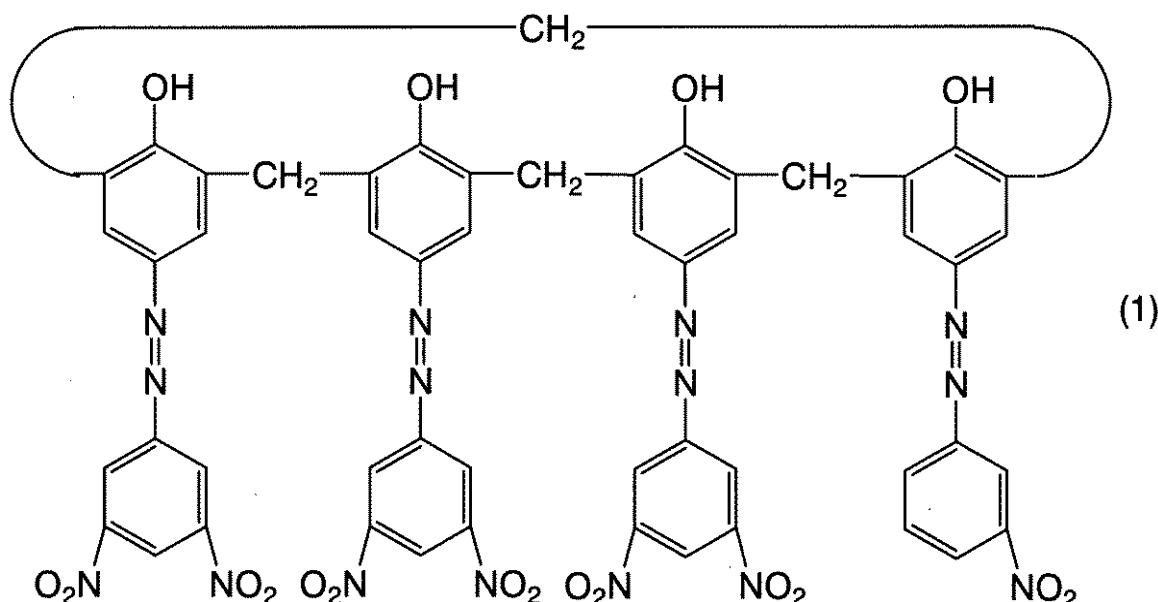
ヒドロキシガリウムフタロシアニン

20 部

(CuK 特性 X 線回折において、7.5°、9.9°、16.3°、18.6°、25.1°、28.3° (プラグ角度 (2 ± 0.2°)) に強い回折ピーク有するもの)

下記構造式 (1)

【化1】



20

30

で示されるカリックスアレーン化合物

0.2 部

ポリビニルブチラール

10 部

(商品名：エスレック BX - 1、積水化学製)

シクロヘキサン

600 部

上記電荷発生層用塗料を上記中間層上に浸漬コーティング法で塗布し、温度 80 ℃ に加熱されたオーブン内で 15 分間、加熱乾燥することにより、支持体上端から 170 mm 位置の平均膜厚が 0.18 μm の電荷発生層を形成した。

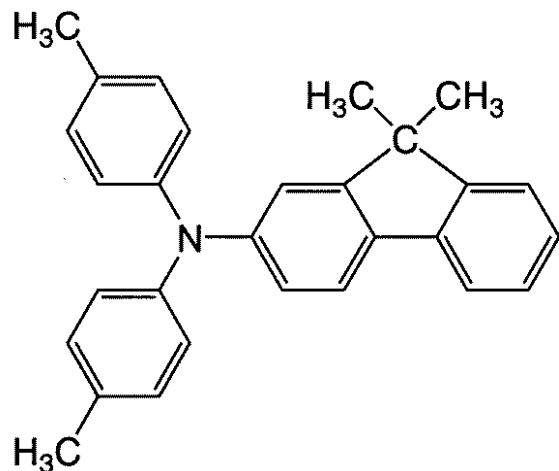
40

【0041】

次いで、以下の成分をクロロベンゼン 600 部及びメチラール 200 部の混合溶媒中に溶解して電荷輸送層用塗料を調製した。これを用いて、上記電荷発生層上に電荷輸送層用塗料を浸漬塗布し、温度 100 ℃ に加熱されたオーブン内で 30 分間、加熱乾燥することにより、支持体上端から 170 mm 位置の平均膜厚が 1.8 μm の電荷輸送層を形成した。

下記構造式 (2)

【化2】



(2)

10

で示される電荷輸送物質

70部

ポリカーボネート樹脂

100部

(ユーピロンZ400、三菱エンジニアリングプラスチックス(株)社製)

次いで、以下の成分を、1, 1, 2, 2, 3, 3, 4-ヘプタフルオロシクロペンタン  
(商品名:ゼオローラH、日本ゼオン(株)社製)20部及び1-プロパノール20部の  
混合溶剤に溶解した。

20

フッ素原子含有樹脂

0.5部

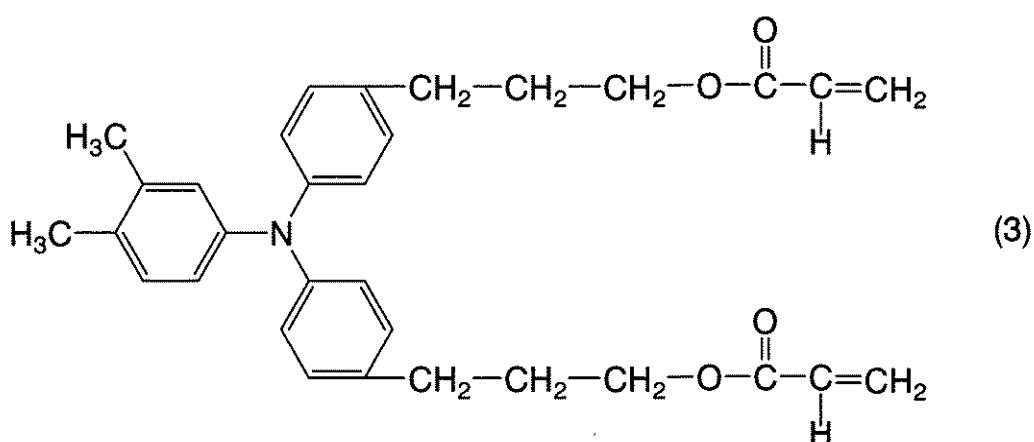
(商品名:GF-300、東亞合成(株)社製)

【0042】

上記フッ素原子含有樹脂が溶解された溶液に、4フッ化エチレン樹脂粉体(商品名:ル  
ブロンL-2、ダイキン工業(株)製)10部を加えた。その後、4フッ化エチレン樹脂  
粉体を加えた溶液を、高圧分散機(商品名:マイクロフルイダイザーM-110EH、米  
Microfluidics社製)で600kgf/cm<sup>2</sup>の圧力で4回の処理を施し、  
均一に分散させた。さらに、上記分散処理を行った溶液をポリフロンフィルター(商品名  
PF-040、アドバンテック東洋(株)社製)で濾過を行い、分散液を調製した。その  
後、下記構造式(3)

30

【化3】



(3)

40

で示される正孔輸送性化合物90部、1, 1, 2, 2, 3, 3, 4-ヘプタフルオロシク  
ロペンタン70部及び1-プロパノール70部を上記分散液に加えた。これを、ポリフロ  
ンフィルター(商品名:PF-020、アドバンテック東洋(株)社製)で濾過を行い、  
表面層用塗料を調製した。

【0043】

上記表面層用塗料を用いて、上記電荷輸送層上に表面層用塗料を塗布した後、大気中、

50

50 のオープンで10分間乾燥して10本の被照射体を得た。

#### 【0044】

次いで、図1～図4に示す電子線照射装置を用い、以下の手順で連続的に処理をして、10本の被照射体に電子線を照射した。

電子線照射ユニット1はカーテンビーム型であり、岩崎電気(株)製の電子線加速電圧が最大150kVタイプで、電子線照射窓箔7が厚さ8μmのチタン箔を用いた。また、電子線照射室2内の被照射位置A1～A3と照射待機位置B1～B5の各々隣接する位置間の距離Lを60mm、被照射位置A2を矢印Xの方向の中で最大の吸収線量を得られる位置とし、更に、被照射位置A2における被照射体表面とチタン箔との最短距離を30mmとした。なお、電子線照射室2内には窒素ガスを注入している。

10

#### 【0045】

まず、図1に示すように搬送コンベア13により照射待機位置B1～B5に5本の被照射体を搬送した後、図2のように、照射待機位置B1～B5の被照射体を、順次、被照射位置A1、照射待機位置B2～B5に搬送し、更に、照射待機位置B1に6本目の被照射体を搬送した。被照射位置A1に搬送した被照射体を300rpmの速度で回転させながら電子線照射を行なった。

続いて、被照射位置A1での照射が終了したら、図3のように、順次、被照射体を搬送し、被照射位置A1、A2に搬送した被照射体を回転させながら同時に電子線照射を行なった。

更に、図4のように搬送した後、3本の被照射体を回転しながら同時に電子線照射を行い、被照射位置A3の被照射体は出口シャッター12から排出させた。

20

上記の工程を繰り返すことでの、10本の被照射体を連続して搬送し、被照射体毎に3ヶ所の被照射位置A1～A3で3回の照射を等しく行なった。

#### 【0046】

このとき、全ての電子線の照射は、電子線加速電圧が150kV、電子線ビーム電流が2mA、電子線照射時間が1.6秒、酸素濃度が10ppmの条件で行った。

#### 【0047】

次いで、電子線照射が終了したら被照射体を、順次、窒素雰囲気(酸素濃度10ppm)下において、支持体周囲の温度を25から115まで15秒かけて昇温させ、支持体上端から170mm位置の平均膜厚が5μmの表面層が形成された10本の電子写真感光体を得た。

30

#### 【0048】

このようにして得られた10本の電子写真感光体について、それぞれ上端から170mmの位置の表面層を円周方向に4ヶ所カミソリで剥ぎとった。続いて、それぞれの表面層断片について赤外分光全反射測定を行い、電子写真感光体毎に4点の未硬化残存基IRピーク比の平均値を算出した上で、10本の未硬化残存基IRピーク比の平均値について、最大値、最小値、差分(最大値-最小値)を求めた。赤外分光測定機は、Perkin Elmer Instruments製の、Spectrum One FT-IR Spectrometerを使用した。未硬化残存基IRピーク比は、 $1400\text{--}32\text{cm}^{-1}$ 以上 $1413\text{--}82\text{cm}^{-1}$ 以下の波数範囲をアクリロイルオキシ基の末端オレフィン( $\text{CH}_2=\text{}$ )のピーク面積、 $1699\text{--}29\text{cm}^{-1}$ 以上 $1770\text{--}65\text{cm}^{-1}$ 以下の波数範囲をアクリロイルオキシ基のカルボニル( $\text{C=O}$ )のピーク面積として算出した。

40

#### 【0049】

結果を表1に示す。

#### (実施例2)

被照射位置A1～A3と照射待機位置B1～B5の各々隣接する位置間の距離Lを100mmとした以外は、実施例1と同様の感光体を作製し、測定を行った。結果を表1に示す。

#### 【0050】

#### (実施例3)

50

3ヶ所の被照射位置をA1～A5(A4、A5は不図示)の5ヶ所とし、被照射位置A1～A5と照射待機位置B1～B5の各々隣接する位置間の距離Lを40mm、更に、被照射位置A3を最大の吸収線量を得られる位置とした以外は、実施例1と同様の感光体を作製し、測定を行った。結果を表1に示す。

【0051】

(実施例4)

図5に示すように、5本目と6本目の被照射体の間に1本分の空きを設けて、5本の連続搬送を2回繰り返した以外は、実施例1と同様の感光体を作製し、測定を行った。結果を表1に示す。

【0052】

10

(実施例5)

図6に示すように、各々の被照射体の間に1本分の空きを設けて搬送した以外は、実施例1と同様の感光体を作製し、測定を行った。結果を表1に示す。

【0053】

(比較例1)

図2に示す工程において、1本目の被照射体に対してのみ被照射位置A1での電子線照射を行なわなかった以外は、実施例1と同様の感光体を作製し、測定を行った。結果を表1に示す。

【0054】

20

(比較例2)

図2に示す工程において、1本目の被照射体に対してのみ被照射位置A1での電子線照射を行なわなかった以外は、実施例2と同様の感光体を作製し、測定を行った。結果を表1に示す。

【0055】

(参考例)

後述の図7に示す電子線照射装置を用いた以外は、実施例1と同様の感光体を作製し、測定を行った。結果を表1に示す。

【0056】

30

図7において、電子線照射ユニット1は実施例1と同様であり、電子線照射室2内の照射前エリアBの照射直前の位置には照射待機位置B'がある。このとき、照射待機位置B'は僅かな電子線も受けないように、電子線照射窓箔7と充分な距離を設ける必要がある。更に、照射待機位置B'に搬送された被照射体を把持して、被照射位置A'に搬送し、照射後に搬送コンベア13上の照射完了位置Cまで搬送できる旋回アーム15を備えている。連続的に処理する場合は、被照射体毎に旋回アーム15により照射待機位置B'～被照射位置A'～照射完了位置Cの工程を繰り返すことで処理することができる。なお、被照射位置A'における被照射体表面とチタン箔との最短距離は30mmである。

【0057】

図7の装置により、10本の被照射体を連続して搬送し、被照射体毎に1ヶ所の被照射位置A'で300rpmの速度で回転させながら実施例1と同様の照射条件で電子線照射を行なったが、電子線照射室2が大型化した上、更に、旋回アームによる搬送時間が影響して、10本の処理時間が実施例1と比べて約2倍必要であった。

40

【0058】

【表1】

(表1)

	未硬化残存基 I R ピーク比			備考
	最大値	最小値	差分	
実施例1	0.0177	0.0174	0.0003	
実施例2	0.0183	0.0180	0.0003	
実施例3	0.0170	0.0166	0.0004	
実施例4	0.0177	0.0173	0.0004	
実施例5	0.0176	0.0173	0.0003	
比較例1	0.0191	0.0172	0.0019	1本目の電子写真感光体が最大値であった
比較例2	0.0188	0.0172	0.0014	1本目の電子写真感光体が最大値であった
参考例	0.0193	0.0188	0.0005	電子線照射室が大型化 実施例1の約2倍の処理時間を要した

## 【符号の説明】

## 【0059】

- 1 電子線照射ユニット  
 2 電子線照射室  
 3 ターミナル  
 4 加速管  
 5 フィラメント  
 6 グリッド  
 7 電子線照射窓箔  
 8 鉛製遮蔽壁  
 9 窓枠支持体  
 10 電子線  
 11 入口シャッター  
 12 出口シャッター  
 13 搬送コンベア  
 14 被照射体  
 L 隣接する位置間の距離  
 A 照射エリア  
 A1 ~ A3 被照射位置  
 B 照射前エリア  
 B1 ~ B5 照射待機位置

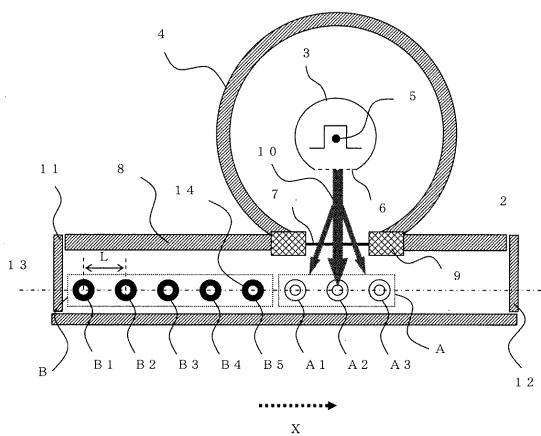
10

20

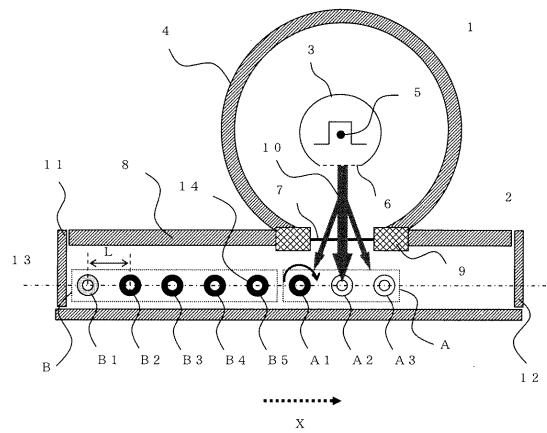
30

40

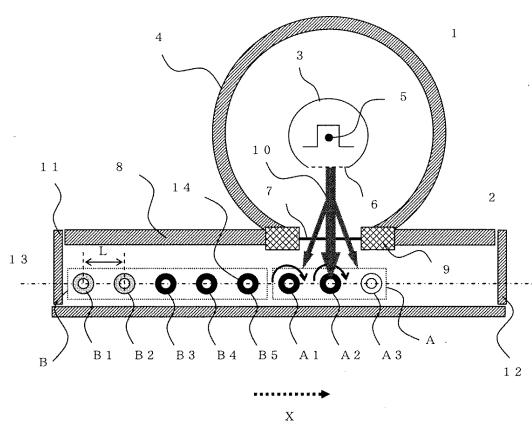
【図1】



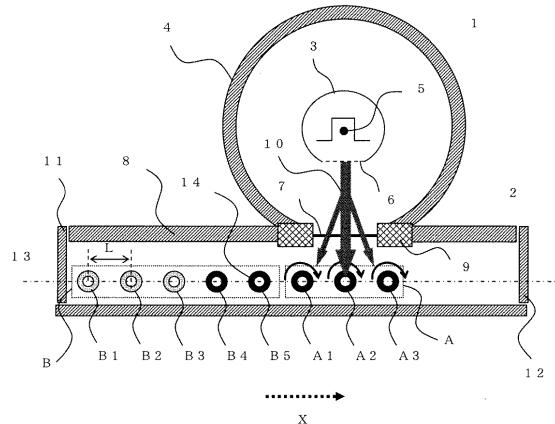
【図2】



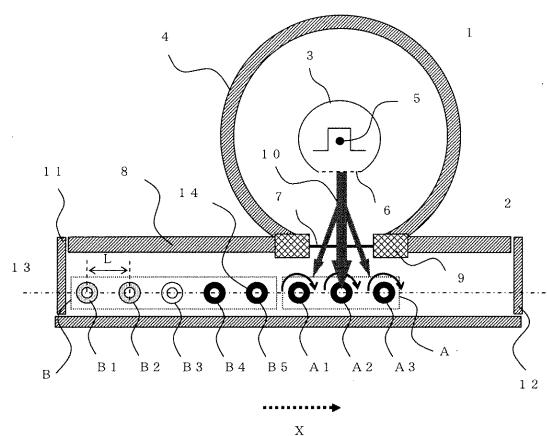
【図3】



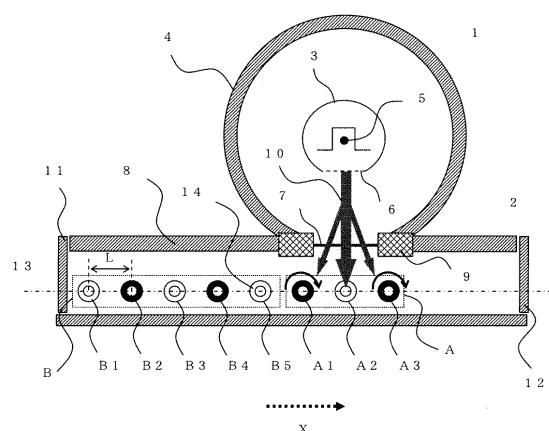
【図4】



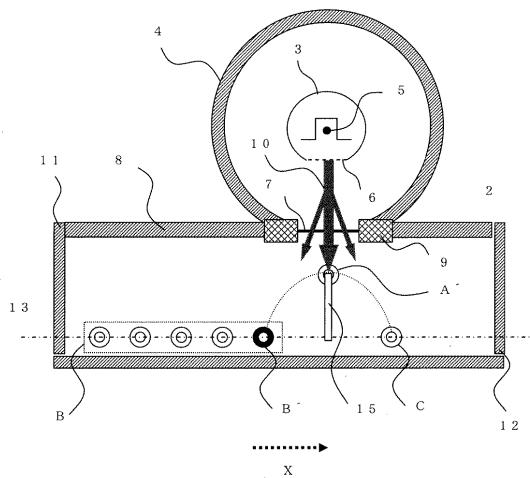
【図5】



【図6】



【図7】



---

フロントページの続き

(74)代理人 100134393  
弁理士 木村 克彦  
(74)代理人 100174230  
弁理士 田中 尚文  
(72)発明者 小川 英紀  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
(72)発明者 小坂 宣夫  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
(72)発明者 田辺 幹  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
(72)発明者 満居 隆浩  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
(72)発明者 斎藤 善久  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
(72)発明者 大城 真弓  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
(72)発明者 池末 龍哉  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
(72)発明者 雨宮 昇司  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

審査官 廣田 健介

(56)参考文献 特開2005-43314 (JP, A)  
特開2009-270828 (JP, A)  
特開2005-43806 (JP, A)  
特開平5-323630 (JP, A)  
特開2008-134506 (JP, A)  
特開2000-298369 (JP, A)  
特開2004-198568 (JP, A)  
特開2004-198576 (JP, A)  
特開2005-91741 (JP, A)  
特開2004-191307 (JP, A)  
特開平11-19190 (JP, A)  
特開平8-184700 (JP, A)  
特開2000-9900 (JP, A)  
特開2010-91932 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G03G 5/00 - 5/16  
G21K 5/00 - 5/10