

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3755859号  
(P3755859)

(45) 発行日 平成18年3月15日(2006.3.15)

(24) 登録日 平成18年1月6日(2006.1.6)

(51) Int. Cl.

F I

G03G 5/14 (2006.01)

G03G 5/14 101A

G03G 5/00 (2006.01)

G03G 5/14 101B

G03G 5/00 101

請求項の数 12 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願平10-337613	(73) 特許権者	000001007
(22) 出願日	平成10年11月27日(1998.11.27)		キヤノン株式会社
(65) 公開番号	特開平11-223958		東京都大田区下丸子3丁目30番2号
(43) 公開日	平成11年8月17日(1999.8.17)	(74) 代理人	100065385
審査請求日	平成15年7月22日(2003.7.22)		弁理士 山下 穰平
(31) 優先権主張番号	特願平9-330386	(72) 発明者	木村 知裕
(32) 優先日	平成9年12月1日(1997.12.1)		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
(33) 優先権主張国	日本国(JP)	(72) 発明者	長坂 秀昭
			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	呉 信哲
			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

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 電子写真感光体、電子写真感光体の製造方法、プロセスカートリッジ及び電子写真装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

アルミニウム基体及び該アルミニウム基体上の感光層を有する電子写真感光体において

該アルミニウム基体の感光層側の表面が、アルミニウムと、酸素と、チタニウム及びジルコニウムから選ばれる少なくとも一方と、を含んでいる化成皮膜を有しており、  
該化成皮膜が、該アルミニウム基体をチタニウムの塩及びジルコニウムの塩から選ばれる少なくとも一方の酸性水溶液で化成処理することによって形成されたものである  
ことを特徴とする電子写真感光体。

【請求項 2】

該化成皮膜が、1  $\mu\text{m}$  以下の厚さを有している請求項 1 に記載の電子写真感光体。

【請求項 3】

該化成皮膜が、 $5 \times 10^{-3} \mu\text{m}$  以上の厚さを有している請求項 1 または 2 に記載の電子写真感光体。

【請求項 4】

該感光層が、塗布により形成されたものである請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の電子写真感光体。

【請求項 5】

アルミニウム基体及び該アルミニウム基体上の感光層を有する電子写真感光体の製造方法であって、

10

20

アルミニウム基体をチタニウムの塩またはジルコニウムの塩の酸性水溶液で化成処理することによって該アルミニウム基体の該感光層側の表面に化成被膜を形成する工程 ( i ) と

該工程 ( i ) の後、該アルミニウム基体上に該感光層を形成する工程 ( i i ) とを有することを特徴とする電子写真感光体の製造方法。

【請求項 6】

該チタニウムの塩またはジルコニウムの塩が、フッ素化合物である請求項 5 に記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項 7】

該酸性水溶液の pH が、1.0 ~ 5.5 である請求項 5 または 6 に記載の電子写真感光体の製造方法。 10

【請求項 8】

該酸性水溶液の温度が、30 ~ 90 である請求項 5 ~ 7 のいずれかに記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項 9】

該酸性水溶液が、更にリン酸、リン酸塩、タンニン及びタンニン酸からなる群より選択される少なくともひとつの化合物を含有する請求項 5 ~ 8 のいずれかに記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項 10】

該感光層を形成する工程が、該感光層を塗布形成する工程を含む請求項 5 ~ 9 のいずれかに記載の電子写真感光体の製造方法。 20

【請求項 11】

請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の電子写真感光体と、帯電手段、現像手段及びクリーニング手段からなる群より選択される少なくともひとつの手段と、を一体に支持し、電子写真装置本体に着脱自在であることを特徴とするプロセスカートリッジ。

【請求項 12】

請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の電子写真感光体、帯電手段、露光手段、現像手段及び転写手段を有することを特徴とする電子写真装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

30

【発明の属する技術分野】

本発明は電子写真感光体、該感光体の製造方法、及び該感光体を有するプロセスカートリッジ及び電子写真装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

電子写真感光体は、基本的には帯電及び光を用いた露光により潜像を形成する感光層と、その感光層を設ける基体からなっている。

【0003】

一方、電子写真感光体は、適用される電子写真プロセスに応じた感度、電気特性及び光学的特性を備えていることが要求される。 40

【0004】

更に、低温低湿から高温高湿のいずれの環境においても、その特性が十分に発揮されるような環境安定性を有していることが要求される。

【0005】

画像欠陥の代表的なものとしては、画像スジ、白地部分の黒点、黒地部分の白点、白地部分の地カブリ、更には、デジタル複写機やレーザービームプリンター等の単一波長を有する光源を使用して露光を行う装置の場合には、基体の表面形状や感光体の膜厚ムラ等の要因によって発生する干渉縞等がある。

【0006】

従って、感光体を作製する場合、これらの画像欠陥が発生しないようにあらかじめ何らか 50

の対策を施しておく必要がある。

【 0 0 0 7 】

上記のような画像欠陥が発生する場合に大きな影響を与える要因として、基体の表面の状態が挙げられる。

【 0 0 0 8 】

成形後何らかの処理が施されていない基体は、通常そのままでは必ずしも感光体として最適な表面状態を有していない。そのため表面状態に起因する問題が発生することも多い。

【 0 0 0 9 】

この問題を解決するために従来より、例えば特開昭 5 4 - 1 2 7 3 3 号公報及び特開昭 5 7 - 6 2 0 5 6 号公報等 に示されているような、アルミニウム基体の表面にクロメート処理を行い、クロメート化成皮膜を生成させる方法や特開昭 5 8 - 1 4 8 4 1 号公報及び特開昭 6 4 - 2 9 8 5 2 号公報等 に示されているような、アルミニウム基体の表面にベーマイト皮膜を形成する方法、あるいは特開昭 5 7 - 2 9 0 5 1 号公報 に示されているような、アルミニウム基体の表面を高温により強制的に酸化し、酸化皮膜を形成する方法等の方法が考えられてきた。

【 0 0 1 0 】

【 発明が解決しようとする課題 】

しかしながら、例えばクロメート処理法に関してはある程度の性能の基体は得られるが、処理液がクロムを含有するため廃液の処理が非常に困難であり、また環境安全上好ましくない。

【 0 0 1 1 】

ベーマイト処理に関しては、表面の結晶状態が必ずしも電子写真感光体の基体に適しているとはいえず、電子写真特性に関してはある程度の効果が得られるが、画像に関しては表面構造や形状が不適切なため十分な画質が得られない等、全ての特性を満足するようなものは得られていないのが現状である。

【 0 0 1 2 】

これらの表面処理は、基体表面に形成された皮膜が、基体から感光層へ部分的に注入した電荷によって、電子写真特性や画像にムラを生じるのを防ぐことを目的としている。

【 0 0 1 3 】

この部分的な注入を防止して画像欠陥をなくす方法として、アルミニウム基体の表面を陽極酸化処理して酸化アルミニウムの層を設ける方法がある（特開平 2 - 7 0 7 0 号公報及び特開平 5 - 3 4 9 6 4 号公報等）。

【 0 0 1 4 】

この方法は、上記目的を解決するためには良い方法であるが、基体表面に膜厚ムラを生じないように均一に形成するためには、膜厚を一定以上、通常の形成条件においては 5 ~ 6  $\mu\text{m}$  程度以上にすることが必要がある。従って、実際に電荷注入防止層として必要な膜厚よりもはるかに厚く形成しなければならず、コストアップにつながっていた。

【 0 0 1 5 】

従って、本発明の目的は、低温低湿から高温高湿のいかなる環境においても画像欠陥が発生せず、また電位変動の少ない良好な電子写真特性を有する電子写真感光体、該感光体を容易に、かつ安価に安定して製造することができる方法、及び該感光体を有するプロセスカートリッジ及び電子写真装置を提供することにある。

【 0 0 1 6 】

【 課題を解決するための手段 】

上記の問題を解決するために検討を行った結果、電子写真感光体に用いられるアルミニウム基体の表面に特定の化成処理を施す、即ち、電気的外力を用いることなく、基体と特定の金属元素を含有する酸性水溶液との化学反応によって基体上に特定の組成を有する不溶性の皮膜を形成することが、優れた特性を有する電子写真感光体を得ることができる、コスト及び環境への悪影響を極めて小さくすることができる、陽極酸化処理に比べ生産装置を簡便にすることができるという点で、非常に有効な手段であることを見いだした。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 1 7 】

即ち、本発明は、アルミニウム基体及び該アルミニウム基体上の感光層を有する電子写真感光体において、  
該アルミニウム基体の感光層側の表面が、アルミニウムと、酸素と、チタニウム及びジルコニウムから選ばれる少なくとも一方と、を含んでいる化成皮膜を有しており、  
該化成皮膜が、該アルミニウム基体をチタニウムの塩及びジルコニウムの塩から選ばれる少なくとも一方の酸性水溶液で化成処理することによって形成されたものである  
ことを特徴とする電子写真感光体である。

## 【 0 0 1 8 】

また、本発明は、アルミニウム基体及び該アルミニウム基体上の感光層を有する電子写真感光体の製造方法であって、  
アルミニウム基体をチタニウムの塩またはジルコニウムの塩の酸性水溶液で化成処理することによって該アルミニウム基体の該感光層側の表面に化成被膜を形成する工程 ( i ) と  
、  
該工程 ( i ) の後、該アルミニウム基体上に該感光層を形成する工程 ( i i ) と  
を有することを特徴とする電子写真感光体の製造方法である。

## 【 0 0 1 9 】

更に、本発明は、上記電子写真感光体を有するプロセスカートリッジ及び電子写真装置である。

## 【 0 0 2 0 】

## 【 発明の実施の形態 】

本発明における化成処理とは、陽極酸化のように電気的外力を加えることなく、基体を特定の溶液に接触させることにより、基体上に特定組成の皮膜を形成する処理である。

## 【 0 0 2 1 】

本発明に用いる金属塩の金属は、チタニウム及びジルコニウムであり、これらとアルミニウム及び酸素が共存した本発明の化成皮膜を有するアルミニウム基体は、電子写真感光体用の基体として、極めて優れた特性を有する。

## 【 0 0 2 2 】

添加するチタニウムの塩及びジルコニウムの塩はフッ素化合物であることが好ましい。チタニウムの塩としてはチタニウムフッ化水素酸及びそのナトリウム塩、カリウム塩、アンモニウム塩及び硫酸チタニウム等が挙げられ、ジルコニウムの塩としてはジルコニウムフッ化カリウム及びジルコニウム硫酸塩等が挙げられる。

## 【 0 0 2 3 】

酸性水溶液中の金属塩の濃度は、金属の量で  $0.01 \text{ g} \sim 2 \text{ g} / \text{リットル}$  の範囲であることが好ましい。

## 【 0 0 2 4 】

また、酸性水溶液中のフッ素イオンの濃度は、 $0 \sim 10 \text{ g} / \text{リットル}$  の範囲であることが好ましい。この範囲では基体表面のエッチング反応が適度に起こり、均一な皮膜が生成し易い。

## 【 0 0 2 5 】

本発明の酸性水溶液の  $\text{pH}$  は、アンモニアや水酸化ナトリウム等により、 $1.0 \sim 5.5$  の範囲に調整することが好ましい。

## 【 0 0 2 6 】

$\text{pH} 1.0$  未満ではエッチング反応が激しく起こり、良好な皮膜を得にくく、 $\text{pH} 5.5$  を超えると皮膜の生成速度が低く、薄い皮膜しか得られにくいために、本発明の顕著な効果が得られにくい。

## 【 0 0 2 7 】

本発明においては、反応が安定に行われるという点で、酸性水溶液を  $30 \sim 90$  に加温して用いることが好ましい。

## 【 0 0 2 8 】

基体を酸性水溶液に接触させる方法は、浸漬法及びスプレーによる噴霧法等いずれの方法でも良いが、生産効率の点で浸漬法であることが好ましい。

【0029】

化成処理後の基体は洗浄され、乾燥されてから使用される。

【0030】

本発明における基体表面の組成は、オージェ電子線分光法によって測定し、基体の最表面から深さ50 ( $5 \times 10^{-3} \mu\text{m}$ ) の範囲におけるものとする。

【0031】

本発明においては、チタニウムまたはジルコニウムの含有量が、アルミニウムの含有量に対して4~100atm%の範囲であることが好ましい。

10

【0032】

基体表面に形成するチタニウムまたはジルコニウムを含有する化成皮膜の総膜厚は1 $\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、更には50 ( $5 \times 10^{-3} \mu\text{m}$ ) 以上であることが好ましい。膜厚が1 $\mu\text{m}$ を超えると電荷が逃げにくくなり過ぎ、残留電位が上昇したり、ゴーストが発生し易くなる。一方、50 ( $5 \times 10^{-3} \mu\text{m}$ ) に満たないと本発明の顕著な効果を得にくくなる。

【0033】

本発明においては、耐食性や塗膜の密着性の点で、酸性水溶液が更にリン酸、リン酸塩、タンニンまたはタンニン酸を含有することが好ましい。

【0034】

20

リン酸及びリン酸塩としては、リン酸またはそのナトリウム、カリウム及びアンモニウム塩やピロリン酸、トリポリリン酸、ヘキサメタリン酸及びそれらのナトリウム塩やカリウム塩といったアルカリ金属塩の縮合リン酸塩等が挙げられる。また、フィチン酸、ニトロジエタノールエチレンホスホン酸、2-ヒドロキシエチルメタクリル-1-アシッドホスホン酸、2-エチルヘキシルアシッドホスホン酸及びエタン-1-ヒドロキシ-1,1-ジホスホン酸等の有機リン酸化合物を使用することもできる。

【0035】

酸性水溶液中のリン酸またはリン酸塩の濃度は、リン酸イオンに換算して0.05~50g/リットルの範囲であることが好ましい。この範囲においては、特に均一で良好な化成皮膜が得られ、また、処理液の安定性も特に良好である。

30

【0036】

タンニンまたはタンニン酸としては、ケプラチョ、デブジト、支那産タンニン酸、トルコ産タンニン酸、ハマメリタンニン酸、ケプリン酸、スマックタンニン、五倍子タンニン及びエラゲ酸タンニン等が挙げられる。

【0037】

酸性水溶液中のタンニンまたはタンニン酸の濃度は、0.1~10g/リットルの範囲であることが好ましい。

【0038】

また、本発明においては、酸性水溶液が、フッ酸、ホウフッ酸、ケイフッ酸及びそれらの塩を含有することが好ましい。これらはアルミニウム基体の化成処理を行う際に、基体表面をエッチングする機能を有するので、非常に均一な化成皮膜を得ることができる。

40

【0039】

以上のことから、本発明の化成皮膜中にはリン及びフッ素が含有されていることが好ましい。

【0040】

アルミニウム基体は、アルミニウムであれば特に限定されるものではなく、純アルミニウム及びAl-Mn系、Al-Mg系、Al-Cu系、Al-Si系、Al-Mg-Si系及びAl-Cu-Si系等のアルミニウム合金が挙げられる。より具体的には、JIS A 6063等の6000系アルミニウム合金やJIS A 3003等の3000系アルミニウム合金等を用いることができる。形状も特に限定されないが、ドラム状であるこ

50

とが好ましい。

【0041】

次に、本発明に用いる電子写真感光体の感光層について説明する。

【0042】

本発明の感光層の構成は、電荷発生物質と電荷輸送物質の両方を同一の層に含有する単層型、及び電荷発生物質を含有する電荷発生層と電荷輸送物質を含有する電荷輸送層を有する積層型に大別される。

【0043】

以下、積層型の感光層を有する電子写真感光体について説明する。

【0044】

感光体の構成としては、基体上に電荷発生層及び電荷輸送層をこの順に積層したものと、逆に電荷輸送層及び電荷発生層の順に積層したものがある。

【0045】

電荷輸送層は、主鎖または側鎖にビフェニレン、アントラセン、ピレン及びフェナントレン等の構造を有する多環芳香族化合物；インドール、カルバゾール、オキサジアゾール及びピラゾリン等の含窒素環化合物；ヒドラゾン化合物及びスチリル化合物等の電荷輸送物質を成膜性を有する樹脂に溶解した溶液を塗布し、乾燥することによって形成する。

【0046】

成膜性を有する樹脂としては、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリメタクリル酸エステル及びポリアリレート等が挙げられる。

【0047】

電荷輸送層の膜厚は、好ましくは5～40 μm、より好ましくは10～30 μmである。

【0048】

電荷発生層は、スーダンレッド及びダイアンプルー等のアゾ顔料；ピレン、キノン及びアントアントロン等のキノン顔料；キノシアニン顔料；ペリレン顔料；インディゴ及びチオインディゴ等のインディゴ顔料及びフタロシアニン顔料等の電荷発生物質をポリビニルブチラル、ポリスチレン及びポリ酢酸ビニル及びアクリル樹脂等の樹脂に分散した分散液を塗布し、乾燥するか、前記顔料を真空蒸着することによって形成する。

【0049】

電荷発生層の膜厚は、好ましくは5 μm以下、より好ましくは0.01～3 μmである。

【0050】

単層型の感光層は、上記電荷発生物質及び電荷輸送物質を上記樹脂に分散及び溶解した溶液を塗布し、乾燥することによって形成する。

【0051】

感光層の膜厚は、好ましくは5～40 μm、より好ましくは10～30 μmである。

【0052】

本発明においては、基体と感光層の間に、バリヤー機能と接着機能を有する下引層を設けることができる。下引層はカゼイン、ポリビニルアルコール、ニトロセルロース、エチレン-アクリル酸コポリマー、アルコール可溶ポリアミド、ポリウレタン及びゼラチン等を溶解した溶液を塗布し、乾燥することによって形成する。

【0053】

下引層の膜厚は、0.1～3 μmであることが好ましい。

【0054】

また、本発明においては、感光層上に保護層を設けても良い。

【0055】

保護層を構成する材料としては、ポリエステル、ポリアクリレート、ポリエチレン、ポリスチレン、ポリブタジエン、ポリカーボネート、ポリアミド、ポリプロピレン、ポリイミド、ポリアミドイミド、ポリサルホン、ポリアクリルエーテル、ポリアセタール、フェノール、アクリル、シリコン、エポキシ、ユリア、アリル、アルキッド、ブチラル、フェノキシ、ホスファゼン、アクリル変性エポキシ、アクリル変性ウレタン及びアクリル変

10

20

30

40

50

性ポリエステル樹脂等が挙げられる。

【0056】

保護層の膜厚は、 $0.2 \sim 10 \mu\text{m}$ であることが好ましい。

【0057】

以上の各層には、クリーニング性や耐摩耗性等の改善のために、ポリ四フッ化エチレン、ポリフッ化ビニリデン、フッ素系グラフトポリマー、シリコン系グラフトポリマー、フッ素系ブロックポリマー、シリコン系ブロックポリマー及びシリコン系オイル等の潤滑剤を含有させても良い。

【0058】

更に、耐候性を向上させる目的で、酸化防止剤等の添加物を加えても良い。

10

【0059】

また、保護層には、抵抗制御の目的で、導電性酸化スズ及び導電性酸化チタニウム等の導電性粉体を分散しても良い。

【0060】

図1に本発明の電子写真感光体を有するプロセスカートリッジを有する電子写真装置の概略構成を示す。

【0061】

図において、1はドラム状の本発明の電子写真感光体であり、軸2を中心に矢印方向に所定の周速度で回転駆動される。感光体1は、回転過程において、一次帯電手段3によりその周面に正または負の所定電位の均一帯電を受け、次いで、スリット露光やレーザービーム走査露光等の露光手段（不図示）からの露光光4を受ける。こうして感光体1の周面に静電潜像が順次形成されていく。

20

【0062】

形成された静電潜像は、次いで現像手段5によりトナー現像され、現像されたトナー現像像は、不図示の給紙部から感光体1と転写手段6との間に感光体1の回転と同期取り出されて給紙された転写材7に、転写手段6により順次転写されていく。

【0063】

像転写を受けた転写材7は、感光体面から分離されて像定着手段8へ導入されて像定着を受けることにより複写物（コピー）として装置外へプリントアウトされる。

【0064】

像転写後の感光体1の表面は、クリーニング手段9によって転写残りトナーの除去を受けて清浄面化され、更に前露光手段（不図示）からの前露光光10により除電処理された後、繰り返し画像形成に使用される。なお、一次帯電手段3が帯電ローラー等を用いた接触帯電手段である場合は、前露光は必ずしも必要ではない。

30

【0065】

本発明においては、上述の電子写真感光体1、一次帯電手段3、現像手段5及びクリーニング手段9等の構成要素のうち、複数のものをプロセスカートリッジとして一体に結合して構成し、このプロセスカートリッジを複写機やレーザービームプリンター等の電子写真装置本体に対して着脱自在に構成しても良い。例えば、一次帯電手段3、現像手段5及びクリーニング手段9の少なくとも1つを感光体1と共に一体に支持してカートリッジ化して、装置本体のレール12等の案内手段を用いて装置本体に着脱自在なプロセスカートリッジ11とすることができる。

40

【0066】

また、露光光4は、電子写真装置が複写機やプリンターである場合には、原稿からの反射光や透過光、あるいは、センサーで原稿を読取り、信号化し、この信号に従って行われるレーザービームの走査、LEDアレイの駆動及び液晶シャッターアレイの駆動等により照射される光である。

【0067】

本発明の電子写真感光体は電子写真複写機に利用するのみならず、レーザービームプリンター、CRTプリンター、LEDプリンター、液晶プリンター及びレーザー製版等電子写

50

真応用分野にも広く用いることができる。

【 0 0 6 8 】

【実施例】

実施例 1

外径 29.92 mm、内径 28.5 mm、長さ 254 mm の円筒状アルミニウムシリンダーを用意する。

【 0 0 6 9 】

有機リン酸としてフィチン酸及び金属の塩としてチタニウムフッ化水素酸及びチタンフッ化アンモニウムを含有する酸性水溶液（商品名：パルコート 3753、日本パーカライズン（株）製、pH 3.8）を 40 の温度に保ち、この水溶液中に上記のアルミニウムシリンダーを浸漬し、1 分間化成処理を行った後、純水で洗浄し、自然乾燥させた。化成皮膜の膜厚は 200 であった。

10

【 0 0 7 0 】

次に、オキシチタニウムフタロシアニン顔料 4 重量部、ポリビニルブチラル樹脂（商品名：BX-1、積水化学工業（株）製）2 重量部及びシクロヘキサノン 34 重量部をサンドミルで 8 時間分散した後、テトラヒドロフラン 60 重量部を加えて電荷発生層用の分散液を調合した。

【 0 0 7 1 】

この分散液を先に化成処理したアルミニウムシリンダー上に浸漬塗布し、95 で 10 分間加熱乾燥して膜厚 0.2 μm の電荷発生層を形成した。

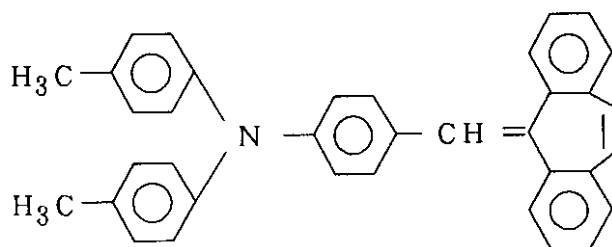
20

【 0 0 7 2 】

次に、下記式で示されるトリアリールアミン化合物 50 重量部及びビスフェノール Z 型ポリカーボネート樹脂 50 重量部をモノクロルベンゼン 400 重量部に溶解した溶液を前記電荷発生層上に浸漬塗布し、110 で 1 時間加熱乾燥して膜厚 20 μm の電荷輸送層を形成した。

【 0 0 7 3 】

【化 1】



30

【 0 0 7 4 】

（評価）

化成処理、洗浄及び乾燥後の基体の表面を最表面から基体の深さ方向にアルゴンイオンエッチングを行いながら走査型オージェ電子分光分析装置を用いて元素分析を行った。その結果、主な構成元素としてアルミニウム、チタニウム及び酸素が検出された。得られたグラフを図 2 に示す。本実施例においては、深さとスパッタ時間との関係が SiO<sub>2</sub> 換算で、110 / 分であるが、この値は適宜変更することができる。

40

【 0 0 7 5 】

表 1 に基体最表面及び表面から 50 の深さにおける元素の組成比をアルミニウム元素の量を 100 としたときの元素比率として示す。

【 0 0 7 6 】

この結果から、基体表面の化成皮膜は、アルミニウムの酸化皮膜中にチタニウムが取り込まれているものであることが分かる。また、分析の結果、その他の含まれる元素として窒素、フッ素及びリン等が検出された。これらの元素は化成処理を行う際に用いた酸性水溶

50



液中のリン酸やフッ素化合物に含まれていた物が化成皮膜の中に取り込まれたものと考えられる。

#### 【0077】

次に、得られた電子写真感光体を常温常湿（23、60%Rh）、高温高湿（32.5、85%Rh）及び低温低湿（15、10%Rh）の各環境に48時間放置した後、市販の反転現像方式のレーザービームプリンターに設置し、各環境下でベタ白画像を出力した。

#### 【0078】

このベタ白画像における地カブリの状態を目視にて評価した。結果を表2に示す。

#### 【0079】

同時に、各環境における暗部電位及び明部電位の値を測定した。結果を表2に示す。

#### 【0080】

##### 実施例2

化成処理用酸性水溶液として、タンニン酸、アンモニウム塩及び金属の塩としてジルコニウムフッ化物及びジルコニウム硫酸塩を含有する液（商品名：パルコート3756、日本パーカライジング（株）製、pH3.2）を用いた以外は実施例1と同様にして電子写真感光体を作製し、評価した。結果を表1及び表2に示す。なお、化成皮膜の膜厚は150であった。

#### 【0081】

##### 実施例3

化成処理用酸性水溶液として、フィチン酸を含有し、金属の塩としてジルコニウムフッ化水素酸及びジルコニウムアンモニウムを含有する液（商品名：パルコート3753T、日本パーカライジング（株）製、pH3.5）を用いた以外は実施例1と同様にして電子写真感光体を作製し、評価した。結果を表1及び表2に示す。なお、化成皮膜の膜厚は180であった。

#### 【0082】

##### 実施例4

化成処理用酸性水溶液として、リン酸及び金属の塩としてフッ化ジルコニウム及びジルコニウムフッ化水素酸ナトリウムを含有する液（商品名：アルサーフ301N-1、日本ペイント（株）製、pH4.0）を用いた以外は実施例1と同様にして電子写真感光体を作製し、評価した。結果を表1及び表2に示す。なお、化成皮膜の膜厚は300であった。

#### 【0083】

##### 比較例1

化成処理を行わなかった以外は実施例1と同様にして電子写真感光体を作製し、評価した。結果を表2に示す。

#### 【0084】

##### 比較例2

濃度0.3%のアンモニア水を用意し、これを95に加熱した。

#### 【0085】

この熱したアンモニア水に実施例1で用いた化成処理前のアルミニウムシリンダーを5分間浸漬して表面処理を行った後、乾燥してシリンダー表面にベーマイト皮膜を形成した。

#### 【0086】

本発明の化成処理済アルミニウムシリンダーに代えて、このアルミニウムシリンダーを用いた以外は実施例1と同様にして電子写真感光体を作製し、評価した。結果を表2に示す。

#### 【0087】

##### 比較例3

本発明の酸性水溶液に代えて、チタニウム及びジルコニウムを含有しないリン酸クロム系の化成処理液（商品名：アルクロム3701、日本パーカライジング（株）製）の液温を30に保った状態のものに1分間浸漬して化成処理を行い、シリンダー表面にクロメー

10

20

30

40

50

ト系の化成皮膜を形成した。

【 0 0 8 8 】

本発明の化成処理済アルミニウムシリンダーに代えて、このアルミニウムシリンダーを用いた以外は実施例 1 と同様にして電子写真感光体を作製し、評価した。結果を表 2 に示す。

【 0 0 8 9 】

【表 1】

表 1

	測定場所	アルミニウム原子の個数に対する各元素の原子の個数の比率 (a t m %)							
		アルミ ニウム	チタ ニウム	ジルコ ニウム	酸 素	窒素	フッ素	リン	炭 素
実施例 1	最表面	100	32.8	—	470	80.3	7.2	14.8	503.1
	深さ 50 Å	100	64.2	—	389.6	63.4	6.7	13.4	—
実施例 2	最表面	100	—	23.3	422.1	—	10.5	66.3	541.9
	深さ 50 Å	100	—	10	185	—	8.8	9.1	—
実施例 3	最表面	100	—	29.3	356.6	53.5	6.1	—	453.5
	深さ 50 Å	100	—	51.6	320.7	43.1	4.8	—	—
実施例 4	最表面	100	—	59	232.7	100	34	100	394.7
	深さ 50 Å	100	—	95	916.7	20.8	8.3	45.8	—

測定装置：ULVAC-PHI. INC. 製 670xi 型 走査型オージェ電子分光装置  
電子プローブ径 0.1 μm φ 以下  
エッチングにはアルゴンイオン銃を使用した。

【 0 0 9 0 】

【表 2】

表2

	カブリ評価			測 定 電 位 (−V)					
				常温常湿		高温高湿		低温低湿	
	常温常湿	高温高湿	低温低湿	暗 部	明 部	暗 部	明 部	暗 部	明 部
実施例1	○	○	○	700	170	700	170	700	175
実施例2	○	○	○	705	170	700	170	705	180
実施例3	○	○	○	695	170	695	165	700	175
実施例4	○	○	○	700	170	700	165	700	180
比較例1	×	△	×	700	170	690	150	700	220
比較例2	×	△	×	700	170	695	165	700	180
比較例3	△	△	×	700	170	695	160	705	180

評価 ○：優、△：良、×：悪

# 【0091】

## 【発明の効果】

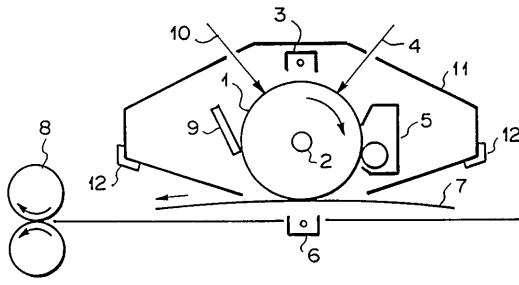
以上説明したように、本発明によれば、いかなる環境においても画像欠陥が発生せず、また電位変動の少ない良好な電子写真特性を有する電子写真感光体、及び該電子写真感光体を容易にかつ安価に安定して製造できる方法、更には該電子写真感光体を有するプロセスカートリッジ及び電子写真装置を提供することができた。

## 【図面の簡単な説明】

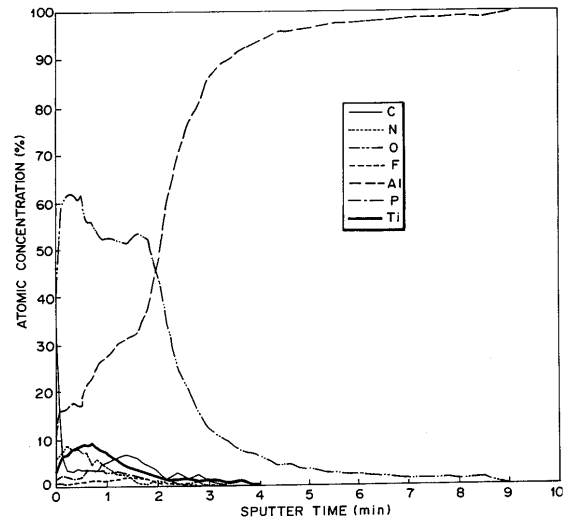
【図1】本発明の電子写真感光体を有するプロセスカートリッジを有する電子写真装置の概略構成の例を示す図である。

【図2】本発明の電子写真感光体が有するアルミニウム基体表面を構成する元素の組成比を示す図である。

【図 1】



【図 2】



---

フロントページの続き

(72)発明者 川守田 陽一  
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 福田 由紀

(56)参考文献 特開平05-197181(JP,A)  
特開平05-027466(JP,A)  
特開平02-191963(JP,A)  
特開平08-176841(JP,A)  
特開平07-048677(JP,A)  
特開平10-069114(JP,A)  
特開昭51-084644(JP,A)  
特表平09-511548(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G03G 5/14 101

G03G 5/00 101