(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第4777404号
(P4777404)

(45)発行日　平成23年9月21日(2011.9.21)　(24)登録日　平成23年7月8日(2011.7.8)

(51)Int.Cl.		F I		
G03G 15/00	(2006.01)	G03G	15/00	550
F16C 13/00	(2006.01)	F16C	13/00	A
G03G 15/02	(2006.01)	F16C	13/00	B
		F16C	13/00	E
		G03G	15/02	

請求項の数 4　(全 14 頁)

(21)出願番号　特願2008-215999 (P2008-215999)
(22)出願日　平成20年8月25日 (2008.8.25)
(62)分割の表示　特願2007-508250 (P2007-508250)の分割
原出願日　平成18年3月20日 (2006.3.20)
(65)公開番号　特開2008-293046 (P2008-293046A)
(43)公開日　平成20年12月4日 (2008.12.4)
審査請求日　平成21年2月23日 (2009.2.23)
審判番号　不服2010-8383 (P2010-8383/J1)
審判請求日　平成22年4月20日 (2010.4.20)
(31)優先権主張番号　特願2005-80687 (P2005-80687)
(32)優先日　平成17年3月18日 (2005.3.18)
(33)優先権主張国　日本国(JP)

(73)特許権者　000227412
シンジーテック株式会社
東京都品川区南大井６丁目２２番７号
(74)代理人　100101236
弁理士　栗原　浩之
(74)代理人　100128532
弁理士　村中　克年
(72)発明者　山▲崎▼　正志
東京都品川区南大井６丁目２２番７号　シンジーテック株式会社内
(72)発明者　長谷川　忍
東京都品川区南大井６丁目２２番７号　シンジーテック株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】帯電ロール

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
芯金の外周にイオン性導電剤を含有してイオン導電性を有すると共にカーボンブラックからなるカーボン微粉末が含有されているエピクロルヒドリン系ゴムを主体とする導電性ゴムからなる少なくとも一層のゴム弾性層を有し且つ表面に保護層又は高抵抗層を具備する帯電ロールにおいて、インピーダンスアナライザーを用いて前記ゴム弾性層に交流電圧１．０Ｖを印加して測定した際の周波数１００ｍＨｚ～１０ｋＨｚの位相差θの最大値θmaxおよび最小値θminの関係が、下記式を満足し、且つ表面に前記保護層又は高抵抗層を具備する前記ゴム弾性層に交流電圧１．０Ｖを印加して測定した際の周波数１００ｍＨｚ～１０ｋＨｚの位相差θの最大値θmaxおよび最小値θminの関係が、下記式を満足することを特徴とする帯電ロール。
【数１】

$$|\theta\max / \theta\min| \leqq 2.96$$

【請求項２】
請求項１において、前記最小値θminが下記式を満足することを特徴とする帯電ロール。
【数２】

$$\theta\min \geqq 30 \ (\text{degrees})$$

【請求項３】
請求項１又は２において、前記ゴム弾性層の表面には前記保護層又は高抵抗層としてイソシアネートを含む表面処理液により表面処理された表面処理層が設けられており、前記表面処理層を除去したゴム弾性層に交流電圧１．０Ｖを印加した際の周波数１００ｍＨｚ～１０ｋＨｚの位相差θの最大値θmaxおよび最小値θminの関係も上記式を満足することを特徴とする帯電ロール。
【請求項４】
請求項３において、前記表面処理液が、さらにカーボンブラックと、アクリルフッ素系ポリマー及びアクリルシリコーン系ポリマーから選択される少なくとも１種のポリマーとの少なくとも一方を含有したものであることを特徴とする帯電ロール。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、電子写真式複写機及びプリンタなどの画像形成装置に用いられる帯電ロールに関する。
【背景技術】
【０００２】
画像形成装置に用いられる帯電ロールとしては、例えば、エピクロルヒドリン系ゴムに過塩素酸リチウム等のイオン性導電剤を添加したものが用いられている。
【０００３】
このようなイオン性導電剤を添加した帯電ロールは、環境変動による電気抵抗値の変動が大きいという欠点を有しており、画像の不具合の原因となる。
【０００４】
一方、カーボンブラックにより導電性を付与したロールや、イオン性導電剤に加えてカーボンブラックを添加したハイブリッド型の帯電ロールも検討されている。この場合、環境依存性は比較的小さいが、局部的にカーボンブラックが凝集（分散不良）した場合に、凝集点から感光体に向かってリークが生じ、黒スジ等の画像不良が生じるという問題があった。
【０００５】
そこで、カーボンブラックにより導電性を付与した現像ロールではあるが、電気抵抗値のバラツキを抑えて所定の電気抵抗値を得ることができ、安定して使用できる現像ロールを先に提案した（特許文献１参照）。
【０００６】
しかしながら、電気抵抗値のバラツキのみでは実際に画像評価した際の特性が判断できないことがわかった。すなわち、電気抵抗値のバラツキが同等であっても、画像評価した際に差が生じることがあった。
【特許文献１】特開２００３－２０２７５０号公報　（特許請求の範囲等）
【発明の開示】
【発明が解決しようとする課題】
【０００７】
本発明は、上述した事情に鑑み、カーボンブラックの凝集等によるリークの発生による黒スジ等の画像不良が生じない帯電ロールを提供することを課題とする。
【課題を解決するための手段】
【０００８】
前記課題を解決する本発明の第１の態様は、芯金の外周にイオン性導電剤を含有してイオン導電性を有すると共にカーボンブラックからなるカーボン微粉末が含有されているエピクロルヒドリン系ゴムを主体とする導電性ゴムからなる少なくとも一層のゴム弾性層を有し且つ表面に保護層又は高抵抗層を具備する帯電ロールにおいて、インピーダンスアナライザーを用いて前記ゴム弾性層に交流電圧１．０Ｖを印加して測定した際の周波数１００ｍＨｚ～１０ｋＨｚの位相差θの最大値θmaxおよび最小値θminの関係が、下記式を満

足し、且つ表面に前記保護層又は高抵抗層を具備する前記ゴム弾性層に交流電圧１．０Ｖを印加して測定した際の周波数１００ｍＨｚ～１０ｋＨｚの位相差θの最大値θmaxおよび最小値θminの関係が、下記式を満足することを特徴とする帯電ロールにある。

【０００９】

【数１】

$$|\theta\max / \theta\min| \leqq 2.96$$

本発明の第２の態様は、第１の態様において、前記最小値θminが下記式を満足することを特徴とする帯電ロールにある。

【００１０】

【数２】

$$\theta\min \geqq 30 \text{ (degrees)}$$

【００１２】

本発明の第３の態様は、第１又は２の態様において、前記ゴム弾性層の表面には前記保護層又は高抵抗層としてイソシアネートを含む表面処理液により表面処理された表面処理層が設けられており、前記表面処理層を除去したゴム弾性層に交流電圧１．０Ｖを印加した際の周波数１００ｍＨｚ～１０ｋＨｚの位相差θの最大値θmaxおよび最小値θminの関係も上記式を満足することを特徴とする帯電ロールにある。

【００１３】

本発明の第４の態様は、第３の態様において、前記表面処理液が、さらにカーボンブラックと、アクリルフッ素系ポリマー及びアクリルシリコーン系ポリマーから選択される少なくとも１種のポリマーとの少なくとも一方を含有したものであることを特徴とする帯電ロールにある。

【発明の効果】

【００１４】

以上説明したように、本発明によると、イオン導電性を有すると共にカーボン微粉末を含有する帯電ロールであって、交流電圧１．０Ｖを印加して測定した際の周波数１００ｍＨｚ～１０ｋＨｚの位相差θの最大値θmaxおよび最小値θminの関係が所定の範囲にある帯電ロールが提供でき、帯電ロールとして用いた際の特性が非常に安定しているという効果を奏する。

【発明を実施するための最良の形態】

【００１５】

本発明は、イオン導電性を有すると共にカーボン微粉末を含有するゴム弾性層を有する導電性ロールにおいて、カーボン微粉末の分散状態の不良は従来のように電気抵抗値では判断できないが、位相差θの周波数特性により判断することができるという知見に基づいて完成されたものである。

【００１６】

なお、本出願人は、先に、導電性カーボン微粉末により導電性を付与したゴム弾性層を有する導電性ロールに関し、分散状態の真の優劣は従来のように電気抵抗値では判断できないが、インピーダンスにより判断するという発明を出願したが（特願２００４－３８１３７４号）、本発明は、イオン導電性を有するゴム弾性体は、カーボン微粉末により導電性を付与したゴム弾性体とは異なる挙動を示すが、所定の周波数範囲の位相差を観察すれば凝集等の分散不良を検出できるという知見に基づいて完成されたものである。

【００１７】

すなわち、本発明者らは、カーボン微粉末の分散状態を詳細に観察すると、分散状態が多少悪いものに関してはカーボン微粉末が局部的な凝集を起こした結果生じるカーボンの抜けたゴム領域が観察でき、このカーボンの抜けたゴム領域の有無は、電気抵抗値には影響を殆ど与えないが、所定の周波数範囲の位相差に変化が生じることを知見し、本発明を

完成させた。

【００１８】

本発明の導電性ロールは、イオン導電性を有すると共にカーボン微粉末を含有することが前提条件となる。

【００１９】

ここで、本発明の対象となる導電性ロールがカーボン微粉末を含有するのは充填材としてであり、このカーボン微粉末の導電パスによる電子導電性をできるだけ発現させずに、イオン導電性を有意に発現させることが重要なポイントとなる。したがって、添加したカーボン微粉末をできるだけ均一に分散させて偏って導電パスを形成しないようにすることが重要となる。なお、充填材として、炭酸カルシウム等の導電パスを形成しないものを用いた場合には、炭酸カルシウムが吸湿性が高いため、環境変化により吸湿してイオン導電性が急激に高くなるなどの問題がある。

【００２０】

本発明において、イオン導電性を有するとは、エピクロルヒドリン系ゴムのようにゴム基材自体がイオン導電性を有するもの、又は、このようなイオン導電性を有するゴム基材又は一般のゴム基材にイオン性導電剤を添加してイオン導電性を付与したものである。

【００２１】

ゴム弾性層を形成するゴム基材は、エピクロルヒドリン系ゴム、クロロプレン、ニトリルゴム（ＮＢＲ）、ミラブルポリウレタンなど、あるいはこれらのブレンドを挙げることができるが、エピクロルヒドリン系ゴムを主体としたものが好ましい。

【００２２】

エピクロルヒドリン系ゴムとしては、エピクロルヒドリン単独重合体、エピクロルヒドリン－エチレンオキシド共重合体、エピクロルヒドリン－アリルグリシジルエーテル共重合体、エピクロルヒドリン－エチレンオキシド－アリルグリシジルエーテル三元共重合体等を挙げることができる。

【００２３】

また、ゴム弾性層にはイオン性導電剤が添加されていてもよい。イオン性導電剤としては、例えば、Ｌｉ，Ｎａ，Ｋ等のアルカリ金属塩、酢酸塩、硫酸塩、過塩素酸塩等を挙げることができる。また、イオン性導電剤の添加量は、所望の導電性が付与できる範囲とすればよいが、例えば、ゴム成分１００重量部に対して、０．００１～３．０重量部程度用いる。

【００２４】

また、本発明のゴム弾性層は、カーボン微粉末が含有されている。ここで、カーボン微粉末としては、カーボンブラックを主体とする少なくとも一種のカーボンブラックなどである。カーボンブラックは、導電性カーボンブラック、導電性が比較的弱い弱導電性カーボンブラックなどがあるが、本発明では、導電性は主としてイオン導電により発現されるので、弱導電性カーボンブラックを用いるのが好ましい。勿論、複数種のカーボンブラックを混合して用いてもよい。なお、カーボンブラックの添加量は、狙いの電気抵抗値によって異なるが、例えば、ゴム基材１００重量部に対して、４０～１５０重量部、好ましくは７０～１１０重量部程度添加する。

【００２５】

本発明の導電性ロールでは、カーボン微粉末の分散性ができるだけ良好であるのが好ましいので、本発明の目的を損なわない範囲で、分散性を向上させる添加剤を添加してもよい。また、このようにカーボン微粉末の分散性を向上させるためにはゴム成分のブレンドを検討してもよく、例えば、エピクロルヒドリンゴムを用いる場合には、ＮＢＲをブレンドすることにより、カーボン微粉末の分散性を向上させることができる。なお、ＮＢＲとして特に液状ＮＢＲを用いると、カーボン分散性を向上させる添加剤として作用し、好ましい。

【００２６】

本発明の導電性ロールは、このようにイオン導電性を有すると共にカーボン微粉末を含

有するものであり、その電気抵抗値は印加電圧に依存して変化するが、５Ｖ、５０Ｖ及び１００Ｖをそれぞれ印加した際の電気抵抗値$Ｒｖ_{5}$、$Ｒｖ_{50}$及び$Ｒｖ_{100}$が１０^{4}～１０^{9}Ωの範囲にあるのが好ましい。

【００２７】

本発明の導電性ロールは、このようなゴム弾性層に交流電圧１．０Ｖを印加した際の周波数１００ｍＨｚ～１０ｋＨｚの位相差θの最大値θmaxおよび最小値θminの関係が上記式を満たす導電性ゴム弾性層を有するものであり、このような導電性ゴム弾性層を有すれば、１層構造でも２層構造でもよい。また、表面に、汚染防止やリーク防止などの目的で保護層や高抵抗層を有するものであっても、その下のゴム弾性層が上述した条件を満足するものであれば、本発明の範囲となる。なお、詳細は後述するが、ゴム弾性層がエピクロルヒドリン系ゴムからなり、当該ゴム弾性層の表面にイソシアネートを含む表面処理液により表面処理された表面処理層が設けられている場合には、当該表面処理層を除去したゴム弾性層が上述した条件を満足するのは勿論であるが、表面処理層を設けたゴム弾性層自体も、交流電圧１．０Ｖを印加した際の周波数１００ｍＨｚ～１０ｋＨｚの位相差θの最大値θmaxおよび最小値θminの関係が｜θmax／θmin｜≦５を満足するのが好ましく、特に最小値θminが３０（degrees）以上であるのが好ましい。

【００２８】

ここで、本発明において、交流電圧１．０Ｖを印加した際の周波数１００ｍＨｚ～１０ｋＨｚの位相差θの最大値θmaxおよび最小値θminの関係が｜θmax／θmin｜≦５を満足するという条件は、後述する試験結果より算出されたものであるが、以下のように解釈することができる。なお、ここで、最大値θmaxは周波数１００ｍＨｚ～１０ｋＨｚの位相差θの最大値であり、最小値θminは周波数１００ｍＨｚ～１０ｋＨｚの位相差θの最小値である。

【００２９】

最大値θmaxおよび最小値θminの絶対値の差が小さくなると上述した条件を満たし易くなり、最大値θmaxおよび最小値θminの絶対値の差が大きくなると上述した条件を満たし難くなる。よって、最大値θmaxおよび最小値θminの関係が上述した範囲から外れる状態とは、規定周波数範囲において位相差の変化が非常に大きい状態であり、この状態は、導電性弾性層内でカーボン微粉末が局部的凝集により導電パスを形成し、周波数１００ｍＨｚ～１０ｋＨｚの低周波領域で位相差に最大最小の差が明確に現れるようになるためである。

【００３０】

よって、本発明の導電性ロールを製造するにはカーボン微粉末の分散性をできるだけ向上させるようにすればよく、その製造方法は特に限定されないが、カーボンブラックの分散性を良好にした製造条件を一度設定しても、カーボンブラックのロットによっても分散性が異なるので、位相差θの周波数特性を検査することで、確実に上述した関係を満足するものを得ることができる。

【００３１】

このような観点から本発明の検査方法は完成された。すなわち、本発明の検査方法は、導電性ロールの検査方法において、交流電圧１．０Ｖを印加した際の周波数１００ｍＨｚ～１０ｋＨｚの位相差θの最大値θmaxおよび最小値θminの関係が｜θmax／θmin｜≦５を満足するが否か、好ましくは、さらに最小値θminが３０（degrees）以上であるか否かを検査するものである。これにより、例えば、画像特性を検査することなく、カーボン微粉末の分散性の優劣を判断することができる。また、ゴムシートを作製し、これを検査することによってもカーボン微粉末の分散性の優劣を判断することができるので、最終的な製品不良を大幅に低減することができるという効果を奏する。

【００３２】

本発明の検査方法は、何れの製造方法による導電性ロールにも適用でき、カーボン微粉末の分散性にバラツキが生じ易い製造方法による導電性ロールに用いた場合に不良率を大幅に低減できるものである。

【００３３】
ここで、交流電圧１．０Ｖを印加した際の周波数１００ｍＨｚ～１０ｋＨｚの位相差θの最大値θmaxおよび最小値θminの関係が｜θmax／θmin｜≦５を満足しないもの、さらに最小値θminが３０（degrees）未満のものは、カーボン微粉末の凝集体が多く形成されて凝集体同士が導電パスを形成しているものと推測される。
【００３４】
本発明の検査方法における印加電圧を１．０Ｖとしたのは、検査時に高電圧の履歴をゴム弾性層に残留させないためである。例えば、帯電ロールとして実機に搭載された場合には、本発明の検査方法における印加電圧の５００倍～１０００倍程度の高電圧が印加されることになる。しかしながら、このような高電圧で検査すると、高電圧の履歴が帯電ロールに残ることになり、外観不良(ゴム表面のキズ等)が生じる虞があり、決して好ましくはない。検査においては、実機内で生じる現象をそのまま再現する必要はなく、相対的な比較で判定できれば十分であり、より好ましいことになる。本発明の検査方法は、非常に低電圧での検査で且つ画像特性を検査することなく製品不良を防止できるという点でも非常に優れるものである。
【００３５】
本発明の導電性ロールは、保護層や高抵抗層として樹脂製のチューブなどを被せた構成としてもよいが、エピクロルヒドリン系ゴムを主体とするゴム弾性層の場合には、表面にイソシアネートを含む表面処理液により表面処理された表面処理層を設けてもよい。このように形成された表面処理層は被覆チューブを被せた場合と比較して電気抵抗値を大きく変化させることなく、且つ非汚染性を付与する点でも優れているからである。
【００３６】
ここで、イソシアネート処理により表面処理層を形成するための表面処理液は、イソシアネート化合物を有機溶剤に溶解させたもの、さらには、これにカーボンブラックを添加したものを用いることができる。また、イソシアネート化合物を有機溶剤に溶解させたものに、アクリルフッ素系ポリマー及びアクリルシリコーン系ポリマーから選択される少なくとも１種のポリマーを添加したもの、さらには、上述したポリマーと導電性付与剤とを添加したものを用いることもできる。
【００３７】
ここで、イソシアネート化合物としては、２，６－トリレンジイソシアネート（ＴＤＩ）、４，４′－ジフェニルメタンジイソシアネート（ＭＤＩ）、パラフェニレンジイソシアネート（ＰＰＤＩ）、１，５－ナフタレンジイソシアネート（ＮＤＩ）及び３，３－ジメチルジフェニル－４，４′－ジイソシアネート（ＴＯＤＩ）および前記記載の多量体および変性体などを挙げることができる。
【００３８】
なお、本発明の導電性ロールは、特に帯電ロールとして好適である。
【００３９】
以下、本発明を実施例に基づいて説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。
【実施例】
【００４０】
（実施例１）
エピクロルヒドリンゴム（エピクロマーＣＧ１０２：ダイソー社製）１００重量部に対して充填剤として平均粒径２００ｎｍのカーボンを１００重量部、導電剤として過塩素酸リチウム（$LiClO_4$）を０．３重量部添加し、加硫剤を加えロールミキサーで混練りし、平板プレスによりプレス加硫させ平板シートを得た。これを実施例１とした。
【００４１】
（実施例２）
実施例１の導電性ゴムを直径８ｍｍの金属製シャフトの表面にプレス加硫し、直径１１ｍｍに研磨加工して導電性ロールを製造した。これを実施例２とした。

【００４２】
（実施例３）
実施例２の導電性ロールを、酢酸エチル１００重量部に対し、イソシアネート化合物（ＭＤＩ；大日本インキ社製）２０重量部添加混合溶解させた表面処理液を用いて表面処理を行い、表面処理層を形成した。すなわち、表面処理液を２３℃に保ったままロールを３０秒浸漬し、その後、１２０℃に保持されたオーブンで１時間加熱することにより表面処理層を形成したものを実施例３とした。
【００４３】
（実施例４）
エピクロルヒドリンゴム（エピクロマーＣＧ１０２：ダイソー社製）１００重量部に対し、添加剤として液状ＮＢＲ（Ｎｉｐｏｌ１３１２：日本ゼオン社製）を１０重量部添加し、充填剤として平均粒径２００ｎｍのカーボンを２０重量部、導電性付与剤として導電性カーボンであるアセチレンブラック（デンカブラック：電気化学社製）を１５重量部添加し、イオン性導電剤としてｐ－トルエンスルホナートテトラエチルアンモニウム（Ｅｔ４Ｎ－ｐＴＳ）を０．８重量部添加し、加硫剤を加えロールミキサーで混練りし、平板プレスによりプレス加硫させ平板シートを得た。これを実施例４とした。
【００４４】
（実施例５）
実施例４の導電性ゴムを用いる以外は、実施例２と同様に製造して実施例５の導電性ロールを製造した。
【００４５】
（実施例６）
実施例５の導電性ロールの表面を、実施例３と同様に処理して実施例６の導電性ロールとした。
【００４６】
（実施例７）
エピクロルヒドリンゴム（エピクロマーＣＧ１０２：ダイソー社製）８０重量部に対し、添加剤として液状ＮＢＲ（Ｎｉｐｏｌ１３１２：日本ゼオン社製）を２０重量部添加し、充填剤として平均粒径２００ｎｍのカーボンを８０重量部添加し、導電性付与剤として導電性カーボン（トーカブラック＃５５００：東海カーボン社製）を２０重量部添加し、イオン性導電剤としてトリフルオロ酢酸ナトリウム（CF_3COONa）を０．８重量部添加し、加硫剤を加え、ロールミキサーで混練し、平板プレスによりプレス加硫させ平板シートを得た。これを実施例７とした。
【００４７】
（実施例８）
実施例７の導電性ゴムを用いる以外は、実施例２と同様に製造して、実施例８の導電性ロールとした。
【００４８】
（実施例９）
実施例８の導電性ロールの表面を、実施例３と同様に処理して実施例９の導電性ロールとした。
【００４９】
（比較例１）
実施例１とは異なる製造ロットのカーボンを添加した以外は、実施例１と同様に製造し、これを比較例１とした。
【００５０】
（比較例２）
比較例１で使用した製造ロットのカーボンを添加した以外は、実施例２と同様に製造し、これを比較例２とした。
【００５１】

（比較例３）
比較例２の導電性ロールの表面を、実施例３と同様に表面処理し、これを比較例３とした。
【００５２】
（比較例４）
実施例７において液状ＮＢＲ（Ｎｉｐｏｌ１３１２：日本ゼオン社製）を抜いて配合し、実施例１と同様に製造して比較例４とした。
【００５３】
（比較例５）
比較例４の導電性ゴムを用いる以外は、実施例２と同様に製造して比較例５の導電性ロールとした。
【００５４】
（比較例６）
比較例５の導電性ロールの表面を、実施例３と同様に処理して比較例６の導電性ロールとした。
【００５５】
（比較例７）
実施例７において、導電性カーボン（トーカブラック＃５５００：東海カーボン（株）社製）を他の導電性カーボンであるケッチェンブラックＥＣ（ケッチェンブラックインターナショナル（株）社製）に変更し、実施例１と同様に製造して比較例７とした。
【００５６】
（比較例８）
比較例７の導電性ゴムを用いる以外は、実施例２と同様に製造して、比較例８の導電性ロールとした。
【００５７】
（比較例９）
比較例８の導電性ロールの表面を、実施例３と同様に処理して、比較例９の導電性ロールとした。
【００５８】
（試験例１）平板シートの電気抵抗測定
実施例１、４、７および比較例１、４、７において印加電圧を１００Ｖとして電気抵抗値（表面抵抗並びに体積抵抗）を測定した。なお、測定に際しては電極の位置を変えながら８箇所測定し、そのときの最大値、最小値、平均値をそれぞれ測定した。また、測定にはＵＬＴＲＡ ＨＩＧＨ ＲＥＳＩＳＴＡＮＣＥ ＭＥＴＥＲ Ｒ８３４０Ａ（株式会社アドバンテスト製）を用いて測定した。その結果を下記表１および表２に示す。
【００５９】
（試験例２）ロールの電気抵抗測定
実施例２、３、５、６、８、９及び比較例２、３、５、６、８、９の導電性ロールについて、印加電圧１００Ｖとしたときの電気抵抗値を測定した。電気抵抗値の測定は、ロールをＳＵＳ３０４板からなる電極部材の上に置いてロールの両端に５００ｇの荷重をかけた状態で、電圧を３０秒間印加した後、芯金と電極部材との間の抵抗値を、ＵＬＴＲＡ ＨＩＧＨ ＲＥＳＩＳＴＡＮＣＥ ＭＥＴＥＲ Ｒ８３４０Ａ（株式会社アドバンテスト製）を用いて測定した。また、周方向に４５°ずつ回転させて回転方向に亘って８ヶ所測定し、そのときの最大値、最小値、平均値をそれぞれ測定した。
【００６０】
表面抵抗に関してはロール表面に導電性テープを巻き、ギャップ間距離を１ｃｍ、印加電圧１００Ｖとし、３０秒印加した後の抵抗値を測定した。また、測定に際しては軸方向に８箇所測定し、そのときの最大値、最小値、平均値を測定した。その結果を下記表１および表２に示す。
【００６１】

（試験例３）位相差θの周波数特性評価

実施例１～９及び比較例１～９のシート及びロールの位相差θの周波数特性をインピーダンスアナライザー（ＢＨＡ社製；インピーダンスアナライザーＩＭ６ｅ）を用いて測定した。測定は、Ｎ／Ｎ環境（２５℃、５０％ＲＨ）下、ロールの両端に５００ｇの荷重を付加した状態で、印加電圧を１Ｖとして測定し、交流周波数１００ｍＨｚ～１０ｋＨｚにおける位相差θの比率であるθmax/θminを求めた。

【００６２】

実施例１～９及び比較例１～９の|θmax/θmin|を表１に示す。また、実施例１、４，７及び比較例１、４、７（シート）、実施例２、５、８及び比較例２、５、８（導電性ロール）並びに実施例３、６、９及び比較例３、６、９（帯電ロール）の周波数特性を図１～図９に示す。

【００６３】

（試験例４）画像評価

実施例３及び比較例３のロールを帯電ロールとして、市販のプリンタに実装し、Ｌ／Ｌ環境（１０℃、３０％ＲＨ）、Ｎ／Ｎ環境（２５℃、５０％ＲＨ）、及びＨ／Ｈ環境（３５℃、８５％ＲＨ）のそれぞれで画像評価を行った。この結果を表１および表２に併せて示す。

【００６４】

(試験例５）再研磨品のインピーダンス測定

実施例３、６、９及び比較例３、６、９の帯電ロールの表面を０．５ｍｍ再研磨して、表面処理層を取り除き、試験例３と同様にインピーダンスを測定し、位相差θの比率であるθmax／θminを求めた。この結果を表３に示す。

【００６５】

【表１】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9
エピクロルヒドリンゴム	100	100	100	100	100	100	80	80	80
液状NBR	–	–	–	10	10	10	20	20	20
カーボン(粒径平均:200nm)	100	100	100	20	20	20	80	80	80
導電性カーボン(デンカブラック)	–	–	–	15	15	15	–	–	–
導電性カーボン(ケッチェンブラック)	–	–	–	–	–	–	–	–	–
導電性カーボン(トーカブラック)	–	–	–	–	–	–	20	20	20
イオン性導電剤($LiClO_4$)	0.3	0.3	0.3	–	–	–	–	–	–
イオン性導電剤(CF_3COONa)	–	–	–	–	–	–	0.8	0.8	0.8
イオン性導電剤(Et4N-pTS)	–	–	–	0.8	0.8	0.8	–	–	–
表面処理	–	無	有	–	無	有	–	無	有
表面抵抗(logΩ) 平均値	8.69	7.74	8.04	5.90	4.80	5.25	6.62	5.52	6.41
表面抵抗(logΩ) Max/Min	1.16	3.59	2.06	1.21	1.13	1.10	1.41	2.31	1.89
体積抵抗(logΩ) 平均値	7.66	7.23	7.64	4.62	4.50	4.95	6.21	5.03	6.22
体積抵抗(logΩ) Max/Min	1.26	3.64	1.59	1.24	1.09	1.06	1.24	1.41	2.53
位相差 $\lvert\theta_{Max}/\theta_{Min}\rvert$	1.72	2.21	1.59	1.79	2.96	2.03	1.55	2.55	1.59
位相差 θ_{Min}	47.6	30.1	44.8	45.9	30.2	33.2	52.4	30.4	44.6
画像評価	–	–	○	–	–	○	–	–	○
備考	シート	表面未処理のため画像評価せず	全環境下において良好	シート	表面未処理のため画像評価せず	全環境下において良好	シート	表面未処理のため画像評価せず	全環境下において良好

【００６６】

【表２】

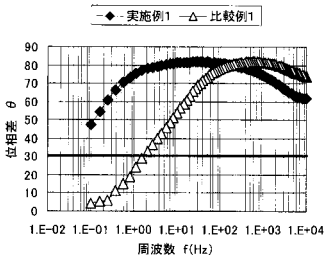
	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6	比較例7	比較例8	比較例9
エピクロルヒドリンゴム	100	100	100	80	80	80	80	80	80
液状NBR	–	–	–	–	–	–	20	20	20
カーボン(粒径平均:200nm)	100	100	100	80	80	80	80	80	80
導電性カーボン(デンカブラック)	–	–	–	–	–	–	–	–	–
導電性カーボン(ケッチェンブラック)	–	–	–	–	–	–	20	20	20
導電性カーボン(トーカブラック)	–	–	–	20	20	20	–	–	–
イオン性導電剤($LiClO_4$)	0.3	0.3	0.3	–	–	–	–	–	–
イオン性導電剤(CF_3COONa)	–	–	–	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
イオン性導電剤(Et4N-pTS)	–	–	–	–	–	–	–	–	–
表面処理	–	無	有	–	無	有	–	無	有
表面抵抗 ($\log\Omega$) 平均値	7.66	6.58	h	6.89	5.78	6.72	5.00	4.34	4.83
表面抵抗 ($\log\Omega$) Max/Min	1.39	97.0	1.38	1.41	41.5	1.57	2.51	56.8	3.15
体積抵抗 ($\log\Omega$) 平均値	7.14	5.85	7.42	6.43	5.82	6.13	4.32	3.98	4.13
体積抵抗 ($\log\Omega$) Max/Min	1.04	30.0	2.30	1.53	59.2	3.12	1.87	48.1	2.98
位相差 $\lvert\theta_{Max}/\theta_{Min}\rvert$	19.97	61.9	1.73	40.26	107.7	2.33	20.40	158.2	1.48
位相差 θ_{Min}	4.10	0.81	45.9	1.63	1.63	35.0	2.55	0.25	55.9
画像評価	–	–	×	–	–	×	–	–	×
備考	シート	表面未処理のため画像評価せず	全環境下においてリーク発生	シート	表面未処理のため画像評価せず	LL環境下においてリーク発生	シート	表面未処理のため画像評価せず	LL環境下においてリーク発生

【００６７】
【表３】

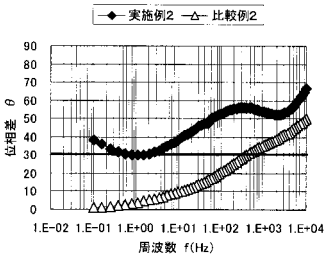
再研磨後の数値	実施例3	実施例6	実施例9	比較例3	比較例6	比較例9
$\lvert\theta max/\theta min\rvert$	1.90	2.50	2.07	60.6	104.8	152.1
θmin	37.5	31.7	37.49	0.77	1.55	0.24

【００６８】
（試験結果）
以上の試験結果より、以下のことがわかった。
【００６９】
実施例１～３の場合には、|θmax/θmin|が５より小さく、ポリマーに対してカーボンの分散性が良好であり、ポリマー中にカーボン微粉末の導電パスはそれほど形成されていないことがわかった。この結果、導電パスによるリークは抑えられ、安定した抵抗値を維持し、且つ、位相差θも上記の値に安定することがわかった。
【００７０】
また、これらについては、表面処理を施した後（実施例３）、画像評価を行なった結果、全環境下において良好な結果が得られた。
【００７１】
一方、比較例１及び２の場合、ポリマーへの分散に悪影響を与えるカーボンロットを使用したためか、|θmax/θmin|が５より著しく大きくなり、同一の練り条件の下では分散性は悪化していることが確認された。また、この結果、凝集塊が多数形成されてポリマー内に導電パスが容易に形成されたため、電子導電性が発現し、リークの原因になることがわかった。
【００７２】
表面処理後（比較例３）も、画像評価の際には、リークによる黒スジが発生し、画像不良となることも確認された。
【００７３】
実施例１～３と同様な傾向が、添加剤として液状ＮＢＲを添加し、また、イオン性導電剤を変更した実施例４～９においても確認され、液状ＮＢＲを添加した場合には、導電性カーボンを用いても、分散が非常に良好なためか、電子導電性の発現はなく、イオン導電性が維持されることがわかった。
【００７４】
一方、導電性カーボンを添加して液状ＮＢＲを添加しない比較例４～６では電子導電性が発現し、また、導電性の強いケッチェンブラックを添加した比較例７～９では液状ＮＢＲを添加しても電子導電性が発現することがわかった。
【００７５】
さらに、試験例５の結果より、表面処理した後、表面処理層を除去した場合の|θmax/θmin|やθminの値は、表面処理前の値とほぼ同一であることがわかった。この結果、表面処理した後でも、表面処理層を研磨により除去すれば、表面処理前の状態がわかることが確認できた。
【図面の簡単な説明】
【００７６】
【図１】実施例１及び比較例１の周波数特性を示す図である。
【図２】実施例２及び比較例２の周波数特性を示す図である。
【図３】実施例３及び比較例３の周波数特性を示す図である。
【図４】実施例４及び比較例４の周波数特性を示す図である。
【図５】実施例５及び比較例５の周波数特性を示す図である。
【図６】実施例６及び比較例６の周波数特性を示す図である。
【図７】実施例７及び比較例７の周波数特性を示す図である。
【図８】実施例８及び比較例８の周波数特性を示す図である。
【図９】実施例９及び比較例９の周波数特性を示す図である。

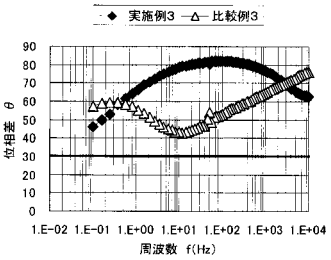
【図１】



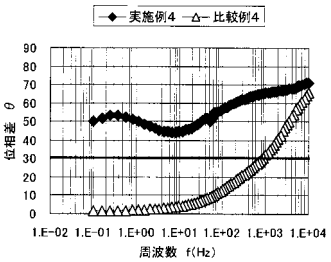
【図２】



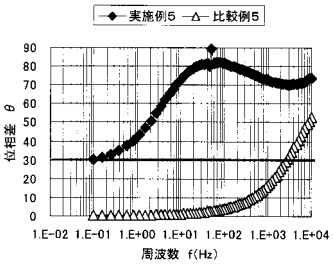
【図３】



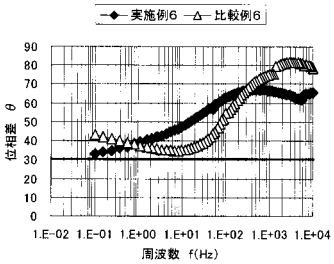
【図４】



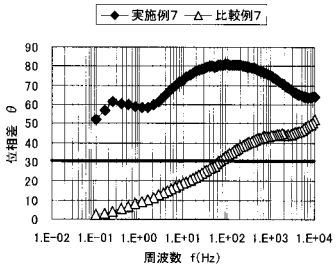
【図５】



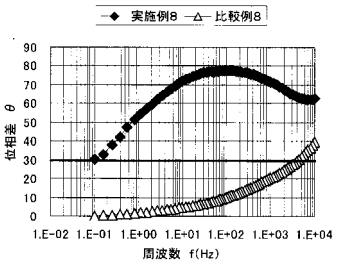
【図６】



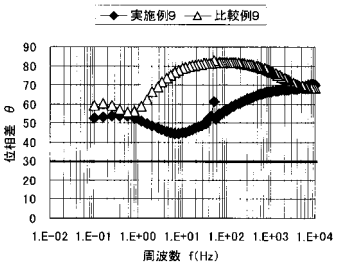
【図７】



【図８】



【図９】



フロントページの続き

合議体
審判長　木村　史郎
審判官　住田　秀弘
審判官　立澤　正樹

(56)参考文献　特開２００４－１９１９６１（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
G03G 15/00
G03G 15/02
F16C 13/00