

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-292861

(P2005-292861A)

(43) 公開日 平成17年10月20日(2005.10.20)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
G03G 5/14	G03G 5/14 101A	2H068
G03G 5/00	G03G 5/00 102	
G03G 5/10	G03G 5/10 B	

審査請求 有 請求項の数 3 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願2005-199453 (P2005-199453)	(71) 出願人	000005968 三菱化学株式会社 東京都港区芝五丁目33番8号
(22) 出願日	平成17年7月7日(2005.7.7)	(74) 代理人	100103997 弁理士 長谷川 暁司
(62) 分割の表示 原出願日	特願平11-19421の分割 平成11年1月28日(1999.1.28)	(72) 発明者	鹿田 仁 新潟県上越市福田町1番地 三菱化学株式 会社直江津事業所内
		(72) 発明者	西澤 裕行 新潟県上越市福田町1番地 三菱化学株式 会社直江津事業所内
		Fターム(参考)	2H068 AA37 AA42 AA52 AA54 CA32 CA33 EA05 EA12

(54) 【発明の名称】 電子写真感光体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 均一な感光体層を形成することができ、忠実で美しい画像を形成することのできる電子写真感光体の製造方法の提供。

【解決手段】 電子写真感光体用の支持体を洗浄乾燥後、感光体用塗布液を塗布して電子写真感光体を製造する方法において、支持体がアルミニウム系金属を陽極酸化処理したものであり、該支持体が乾燥された後感光体用塗布液が塗布されるまでの間に接触する雰囲気湿度を白化湿度 + 10%以下とすると共に、塗布までの間を25分以内とし、かつ、感光体用塗布液の塗布工程における湿度を白化湿度以下とすることを特徴とする電子写真感光体の製造方法。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

電子写真感光体用の支持体を洗浄乾燥後、感光体用塗布液を塗布して電子写真感光体を製造する方法において、支持体がアルミニウム系金属を陽極酸化処理したものであり、該支持体が乾燥された後感光体用塗布液が塗布されるまでの間に接触する雰囲気湿度を白化湿度 + 10% 以下とすると共に、塗布までの間を 25 分以内とし、かつ、感光体用塗布液の塗布工程における湿度を白化湿度以下と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 2】

電子写真感光体用の支持体を洗浄乾燥後、電荷発生層用塗布液と電荷輸送層用塗布液を順次塗布して電子写真感光体を製造する方法において、支持体がアルミニウム系金属を陽極酸化処理したものであり、該支持体が乾燥された後電荷発生層用塗布液が塗布されるまでの間に接触する雰囲気湿度を電荷発生層用塗布液の白化湿度 + 10% 以下とすると共に、塗布されるまでの間を 25 分以内とし、かつ、電荷発生層用塗布液の塗布と電荷輸送層用塗布液の塗布を白化湿度以下の雰囲気下に行うことを特徴とする電子写真感光体の製造方法。

10

【請求項 3】

乾燥温度が 110 以上である請求項 1 または 2 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】

20

【0001】

本発明は感光体層が均一で忠実かつ美しい画像を形成することができる電子写真感光体の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

電子写真技術は、即時性、高品質かつ保存性の高い画像が得られることなどから、近年では複写機分野にとどまらず、各種プリンターやファクシミリの分野でも広く使われ、大きな広がりを見せている。

電子写真技術の中核となる感光体は、円筒状支持体に電荷発生層、電荷輸送層等の感光層を形成した感光体ドラムを用いて感光体の帯電、像露光による静電潜像の形成、該潜像のトナーによる現像、該トナー像の紙への転写（中間に転写体を經由する場合もある）および定着することによって画像が形成されている。

30

【0003】

しかるに、感光体層の材料を厳選し、細心の注意をもって均一に塗布を行っても画像欠陥が生じ忠実で美しい画像が得られない問題があった。

その原因の 1 つとして感光体用塗布液の塗布膜の白化現象が知られている。感光体用塗布液の白化現象とは、感光体用塗布液を高湿度の雰囲気下で塗布した場合、塗布液の溶媒の蒸発による温度低下のために雰囲気中の湿気が塗膜上に結露して塗膜面に凹凸が生じる結果白化する現象であり、白化現象が生じると美しい画像が得られなくなる。

【0004】

このため、特許文献 1 においては、塗布液の塗布時、および塗布後の乾燥時の雰囲気湿度を制御することが提案されている。

しかし、本発明者等が詳細に検討した結果、塗布液の塗布あるいは乾燥における雰囲気湿度の制御では十分でなく、塗布される電子写真感光体用の支持体の経歴が重要であることが判明した。

40

【特許文献 1】特許 2765407 号

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明は、均一な感光体層を形成することができ、忠実で美しい画像を形成することの

50

できる電子写真感光体の製造方法を提供するものである。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明は、かかる目的を達成するために鋭意検討を行った結果なされたもので、電子写真感光体用の支持体を洗浄乾燥後、感光体用塗布液を塗布して電子写真感光体を製造する方法において、支持体がアルミニウム系金属を陽極酸化処理したものであり、該支持体が乾燥された後感光体用塗布液が塗布されるまでの間に接触する雰囲気湿度を白化湿度+10%以下とすると共に、塗布までの間を25分以内とし、かつ、感光体用塗布液の塗布工程における湿度を白化湿度以下とすることを特徴とする電子写真感光体の製造方法、を提供するものである。

10

【発明の効果】

【0007】

本発明は上記の構成からなるから、均一な感光体層が形成され、電気特性も均一となる結果、忠実で美しい画像を形成することのできる電子写真感光体を効率よく得ることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

以下、本発明を詳細に説明するが、本発明は以下の実施形態に限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲において、任意に変形して実施することができる。

本発明は、電子写真感光体用の支持体上に感光体層が塗布形成された電子写真感光体を製造するものである。

20

電子写真感光体の支持体としては、成形性、寸法精度に優れ耐熱性の材料が用いられ、具体的にはアルミニウム系金属を陽極酸化処理したものが用いられる。ここでアルミニウム系金属とは、アルミニウム合金も含む。

【0009】

支持体の製法例としては、アルミニウムあるいはA1050、A3003、A6063等のアルミニウム合金をポートホール法、マンドレル法等により円筒状に加工した後、所定の肉厚、長さ、外径寸法の円筒とするため、引き抜き加工、切削加工等の加工処理が行われる。

【0010】

加工処理が行われた支持体は陽極酸化処理が施される。陽極酸化処理の条件としては、従来公知の条件を任意に選択して採用される。具体的には、陽極酸化処理用電解液としては、硫酸、磷酸、リン酸等を使用することができる。これらの電解液の中では、硫酸が好適である。硫酸アルマイト処理の場合、電解液中の硫酸濃度は100~300g/L、電解液の温度は10~30の範囲から選択するのがよい。通電時間は、目的とする陽極酸化被膜の厚さによって適宜決定される。陽極酸化被膜の厚さは2~15μmの範囲が適当である。

30

【0011】

陽極酸化処理された支持体は封孔処理が行われる。封孔処理液としては、ニッケルイオンを含む液（例えば酢酸ニッケルを含む液、フッ化ニッケルを含む液）等、常法の封孔処理液が使用できる。

40

封孔処理された支持体は、洗浄された後乾燥される。乾燥の方法はいかなる方法であってもよく、熱風乾燥、輻射加熱乾燥、高周波加熱乾燥等を用いることができ、乾燥温度は110以上、好ましくは120以上、更に好ましくは130~150程度とされる。

乾燥された電子写真用の支持体はその表面に感光体用塗布液が塗布され感光体層が形成されるが、支持体は乾燥された後、感光体用塗布液が塗布されるまでの間、湿度が白化湿度+10%以下の雰囲気中に保持される。

【0012】

本発明において白化湿度とは、その湿度以上の雰囲気中で感光体用塗布液を塗布した場

50

合、塗膜面が白化する湿度であり、相対湿度でもって示す。

塗布前の支持体の雰囲気湿度は、好ましくは白化湿度 + 5 % 以下、更に好ましくは白化湿度以下である。

かかる雰囲気下に支持体を保持しても、長時間経過すると感光体用の塗膜の均一性は低下する。従って、支持体の乾燥工程を終えた後、最初の塗布液が塗布されるまでの時間は 25 分以内、好ましくは 20 分以内、更に好ましくは 15 分以内とされる。

【0013】

乾燥処理された支持体は、上述の条件を保持した上で感光体用塗布液が塗布される。感光体層は、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この順に積層したものの、逆に積層したものの、または電荷輸送媒体中に電荷発生物質粒子を分散したいわゆる分散型などいずれも用いることができるが、電荷発生層及び電荷輸送層を有する積層型感光層が好ましい。

10

【0014】

これ等電荷発生層用塗布液あるいは電荷輸送層用塗布液の塗布工程は、湿度がその塗布液の白化湿度以下の雰囲気中で行われる。好ましくは、白化湿度 - 2 %、更に好ましくは、白化湿度 - 5 % 以下の雰囲気中で行われる。

電荷発生層用塗布液、電荷輸送層用塗布液の構成材料は特に制約はないが一般に次の材料が用いられる。

【0015】

電荷発生物質としては、セレン及びその合金、ヒ素 - セレン、硫化カドミウム、酸化亜鉛、その他の無機光導電体、スーダンレッド、ダイアンプルー、ジェナスグリーン B 等のアゾ顔料、ジスアゾ顔料、アルゴールイエロー、ピレンキノン等のキノン顔料、キノシアン顔料、ペリレン顔料、インジゴ顔料、インドファーストオレンジトナー等のビスベンゾイミダゾール顔料、銅フタロシアニン等のフタロシアニン顔料、キナクリドン顔料、ピリリウム塩、アズレニウム塩が挙げられる。中でも、オキシチタニウムフタロシアニンが好ましい。

20

【0016】

電荷輸送物質としては、主鎖または側鎖にアントラセン、ピレン、フェナントレン、コロネン等の多芳香族化合物またはインドール、カルバゾール、オキサゾール、イソオキサゾール、チアゾール、イミダゾール、ピラゾール、オキサジアゾール、ピラゾリン、チアジアゾール、トリアゾール等の含窒素環式化合物の骨格を有する化合物、その他、ヒドラゾン化合物など正孔輸送物質が挙げられる。

30

【0017】

感光塗膜を形成するための結着剤樹脂としては、ポリカーボネート、ポリアリレート、ポリスチレン、ポリメタクリル酸エステル類、スチレン - メタクリル酸メチルコポリマー、ポリエステル、スチレン - アクリロニトリルコポリマー、ポリサルホン等、ポリ酢酸ビニル、ポリアクリロニトリル、ポリビニルブチラール、ポリビニルピロリドン、メチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、セルロースエステル類などが挙げられる。

【0018】

塗布用の溶媒としては、揮発性が高く且つその蒸気の密度が空気よりも大きい溶剤が好適に用いられる。例えば、n - ブチルアミン、ジエチルアミン、エチレンジアミン、イソプロパノールアミン、トリエタノールアミン、N, N - ジメチルホルムアミド、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン、ベンゼン、4 - メトキシ - 4 - メチル - 2 - ペンタノン、ジメトキシメタン、ジメトキシエタン、2, 4 - ペンタジオン、アニソール、3 - オキソブタン酸メチル、モノクロルベンゼン、トルエン、キシレン、クロロホルム、1, 2 - ジクロロエタン、ジクロロメタン、テトラヒドロフラン、ジオキサン、メタノール、エタノール、イソプロパノール、酢酸エチル、酢酸ブチル、ジメチルスルホキシド、メチルセロソルブ、エチルセロソルブ、メチルセロソルブアセテート等が挙げられる。

40

【0019】

単層型電子写真感光体を製造する場合の感光体材料の塗布液は、前記の電荷発生物質、

50

電荷輸送物質、結着剤樹脂および塗布溶媒を混合して調製される。また、積層型電子写真感光体を製造する場合の感光体材料の塗布液は、前記の電荷発生物質、結着剤樹脂および塗布溶媒からなる電荷発生層用の塗布液と、前記の電荷輸送物質、結着剤樹脂および塗布溶媒からなる電荷輸送層用の塗布液とを別々に調製する。

【0020】

塗布液中の各成分の濃度は、公知の方法に従って適宜選択される。そして、固形分の濃度は、主として、形成すべき層の膜厚に応じて決定されるが、単層型電子写真感光体を製造する際の塗布液の場合および積層型電子写真感光体を製造する際の電荷輸送層用の塗布液の場合には、40重量%以下、好ましくは10~35重量%以下に調製される。また、これらの塗布液の場合、その粘度は、50~300cps、好ましくは70~250cps、乾燥膜厚は、15~40 μ mとするのがよい。

10

【0021】

また、電荷発生層用の塗布液の場合、固形分濃度15重量%以下、好ましくは1~10重量%とするのが良く、その乾燥膜厚は、通常0.1~1 μ mが適している。

上記の塗布は、通常、浸漬塗布、すなわち、塗布液がオーバーフローしている浸漬槽中に円筒基体を垂直に降下させて塗布液に浸漬した後、円筒基体を垂直に上昇させて引き上げる方法によって行われる。

塗布された支持体は、白化湿度以下の雰囲気中で乾燥され、通常の方法でフランジ等が装着されて電子写真感光体となる。

【実施例】

20

【0022】

実施例 - 1

A3003合金を用いた外径30mm、長さ250mm、肉厚0.75mmのEI管をアルミニウム支持体として用い、一般的な前処理(脱脂、中和、水洗)を行った後、硫酸濃度180g/L、溶存アルミニウム濃度4.5g/L、浴温度18、電流密度1.3A/dm²の条件下で陽極酸化皮膜5 μ mを得た。

その後、酢酸ニッケル系封孔剤(奥野製薬工業製、DX-500、濃度13g/L)を用いて、液温度70、pH5.5の条件下で14分間酢酸ニッケル封孔処理を行い、更にpH5~8の熱水にて、液温度95の条件下で14分間熱水封孔処理を行った。

【0023】

30

封孔処理後熱水で洗浄し、145の熱風乾燥機で乾燥した。

得られた支持体200本を相対湿度40%(白化湿度35%)の雰囲気下に20分間保持した後下記の電荷発生層用塗布液を塗布し、続いて電荷輸送層用塗布液を塗布した後、150で乾燥して、電子写真感光体を作製した。電荷発生層の厚さは0.5 μ m、電荷輸送層の厚さは18 μ mとした。

【0024】

<電荷発生層用塗布液>

粉末X線回折スペクトルにおいて、ブラッグ角($2\theta \pm 0.2^\circ$) 27.3° に最大回折ピークを有するとともに、 7.4° 及び 24.2° に回折ピークを示す結晶型のオキシチタニウムフタロシアニン10重量部を、200重量部の4-メトキシ-4-メチルペンタノン-2に加え、サンドグランドミルにて粉碎・分散処理し、得られた分散液を、ポリビニルブチラル樹脂(デンカ(株)製商品「#6000C」)の5重量%ジメトキシエタン溶液100重量部およびフェノキシ樹脂(ユニオンカーバイド社製商品「PHKK」)の5重量%ジメトキシエタン溶液100重量部の混合液に加え、最終的に固形分濃度4重量%の電荷発生層用塗布液を調製した。

40

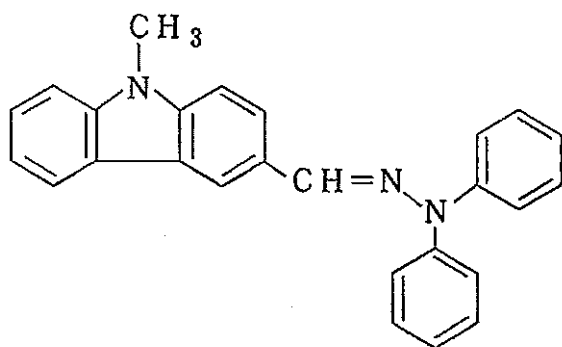
【0025】

<電荷輸送層用塗布液>

電荷輸送物質として、次に示すヒドラゾン化合物56重量部、

【0026】

【化1】



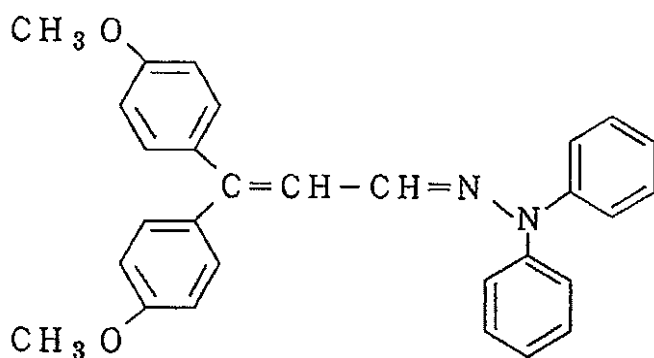
10

【0027】

次に示すヒドラゾン化合物14重量部、

【0028】

【化2】



20

【0029】

およびポリカーボネート樹脂（三菱化学（株）製商品「ノバレックス7030A」）100重量部を、1,4-ジオキサン1000重量部に溶解させて、電荷輸送層用塗布液を調製した。

30

得られた感光体を用いてフルカラー複写を行い画像面の均一性、黒ポチ、白抜けの有無を観察した。

その結果、不良率は2.5%であった。

【0030】

実施例 2

乾燥後相対湿度40%の雰囲気下に25分保持した後電荷発生層用塗布液を塗布した。他は実施例-1と同じ実験を行った。

その結果不良率は4%であった。