

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5715906号
(P5715906)

(45) 発行日 平成27年5月13日(2015.5.13)

(24) 登録日 平成27年3月20日(2015.3.20)

(51) Int.Cl.

F 1

G03G	15/20	(2006.01)	G03G	15/20	5 1 5
C08K	5/521	(2006.01)	C08K	5/521	
C08L	79/08	(2006.01)	C08L	79/08	Z
C08L	83/10	(2006.01)	C08L	83/10	
C08J	5/18	(2006.01)	C08J	5/18	CFG

請求項の数 3 (全 13 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2011-177177 (P2011-177177)
(22) 出願日	平成23年8月12日 (2011.8.12)
(65) 公開番号	特開2012-48232 (P2012-48232A)
(43) 公開日	平成24年3月8日 (2012.3.8)
審査請求日	平成26年8月11日 (2014.8.11)
(31) 優先権主張番号	12/868,362
(32) 優先日	平成22年8月25日 (2010.8.25)
(33) 優先権主張国	米国 (US)

早期審査対象出願

(73) 特許権者	596170170 ゼロックス コーポレイション XEROX CORPORATION アメリカ合衆国、コネチカット州 06856、ノーウォーク、ピーオーボックス 4505、グローバー・アヴェニュー 45
(74) 代理人	110001210 特許業務法人 YKI 国際特許事務所
(72) 発明者	ジン・ウー アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14534 ピッツフォード ウッドグリーン・ドライブ 125

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】つなぎ目のないフューザー部材プロセス

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

画像形成システムとともに用いるのに適したつなぎ目のないベルトを作成する方法であつて、

ポリイミド、リン酸エステルを含む内部剥離剤、溶媒からなる組成物を回転基板の外側表面にフローコーティングすることと；

当該コーティングを約125～約190の温度で約30～約90分かけて部分的に硬化させ、部分的に硬化したベルトを作成することと；

部分的に硬化した前記ベルトを回転基板から自己剥離により取り外すことと；

部分的に硬化した前記ベルトを、2つのローラーの間で約1kg～約10kgの張力により引っ張りながら、約250～約370の温度、約30～約90分間の条件で硬化させることと；

を含む、方法。

【請求項 2】

前記組成物が、ポリエステル修飾されたポリジメチルシロキサン、ポリエーテル修飾されたポリジメチルシロキサン、ポリアクリレート修飾されたポリジメチルシロキサン、ポリエステルポリエーテル修飾されたポリジメチルシロキサンからなる群から選択されるポリシロキサンポリマーをさらに含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

前記リン酸エステルが、アルキルアルコールエトキシレートホスフェート、アルキルフ

10

20

エノールエトキシレートホスフェート、アルキルポリエトキシエタノールホスフェート、アルキルフェノキシポリエトキシエタノールホスフェートからなる群から選択され、前記ポリイミドおよび前記リン酸エステルが、約99.9 / 0.1 ~ 約95 / 5の重量比で存在する、請求項1に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

(関連出願の相互参照)

本出願は、本出願と同時に出願され、本明細書に参考として組み込まれる、同一出願人による同時係属中の出願番号第_____号(Docket 20100386-US-NP, XRX-0023)、フューザー部材(FUSER MEMBER)に関連する。

【0002】

本開示は、フューザー部材および製造方法に関する。

【背景技術】

【0003】

フューザー部材として有用な、つなぎ目のないポリイミドベルトを得るために、遠心成形を用いる。典型的には、フッ素またはシリコーンの薄い剥離層を、堅い円筒形マンドレルの内側表面に塗布する。この剥離層を含むマンドレルの内側表面に、ポリイミドコーティングを塗布する。ポリイミドを硬化させ、次いで、マンドレルから取り外す。

【0004】

このプロセスには欠点がある。ポリイミドベルトの長さが、マンドレルの大きさによって決まってしまうことである。マンドレルの内側表面に剥離層を必要とすることは、追加の処理工程である。

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0005】

本明細書には、画像形成システムとともに用いるのに適したベルトを作成する方法が記載されている。この方法は、ポリイミド、リン酸エステル、溶媒の組成物を回転基板の外側表面にフローコーティングすることを含む。このコーティングを、約125 ~ 約190の温度で約30 ~ 約90分かけて部分的に硬化させ、ベルトを作成する。部分的に硬化したベルトを回転基板から取り外す。部分的に硬化したベルトを、約250 ~ 約370の温度で約30 ~ 約90分間かけて引っ張り、回転させ、ベルトを硬化させる。

【0006】

本明細書には、画像形成システムとともに用いるのに適したベルトを作成する方法が記載されている。この方法は、ポリイミド、リン酸エステル、溶媒の組成物を回転基板の外側表面にフローコーティングすることを含む。このコーティングを、約125 ~ 約190の温度で約30 ~ 約90分かけて硬化させ、次いで、約250 ~ 約370の温度で約30 ~ 約90分かけて硬化させ、ベルトを作成する。この完全に硬化したベルトを回転基板から取り外す。

【0007】

本明細書には、フューザー部材を作成する方法が記載されている。この方法は、ポリイミド、リン酸エステル、ポリシロキサンポリマー、溶媒の組成物を回転基板の外側表面にフローコーティングすることを含む。このコーティングを、約125 ~ 約190の温度で約30 ~ 約90分かけて部分的に硬化させ、ベルトを作成する。部分的に硬化したベルトを回転基板から取り外す。部分的に硬化したベルトを、約250 ~ 約370の温度で約30 ~ 約90分間かけて引っ張り、回転させ、ベルトを硬化させる。この硬化したベルトの外側層に、中間層をコーティングし、中間層に剥離層をコーティングする。

【図面の簡単な説明】

10

20

30

40

50

【0008】

【図1】本発明の教示にかかる、ベルト基板を備える例示的なフュージング部材を示す。

【図2】最終的な硬化のためにフュージング部材を引っ張ることを示す。

【発明を実施するための形態】

【0009】

フューザー部材または固定部材は、1つ以上の機能性中間層が形成された基板を備えていてもよい。本明細書で記載の基板としては、ベルトが挙げられる。1つ以上の中間層としては、緩衝層、剥離層が挙げられる。画像支持材料（例えば、紙のシート）の上にある溶融したトナー画像を画像支持部材から剥離するトナー剥離性が良好であり、この性質を維持し、さらに、紙をはがしやすくするために、このような固定部材を、高速高品質の電子写真印刷のための油を用いないフュージング部材として用いてもよい。10

【0010】

種々の実施形態では、固定部材としては、例えば、1つ以上の機能性層が形成された基板が挙げられる。基板は、例えば、図1に示されるように、特定の構造に依存して非導電性または導電性である適切な材料を用い、種々の形状（例えば、ベルトまたは膜）に作られてもよい。

【0011】

図1において、例示的な固定部材200は、1つ以上の機能性層（例えば、220および外側表面層230）が形成されたベルト基板210を備えていてもよい。外側表面層230は、剥離層とも呼ばれる。ベルト基板210についてさらに記載するが、ポリイミドポリマーとリン酸エステルとから作られている。20

【0012】

(中間層)

機能性中間層220（緩衝層または中間層とも呼ばれる）として用いられる材料の例としては、フルオロシリコーン、シリコーンゴム、例えば、室温加硫（RTV）シリコーンゴム、高温加硫（HTV）シリコーンゴム、低温加硫（LTV）シリコーンゴムが挙げられる。これらのゴムは既知であり、商業的に簡単に入手可能であり、例えば、SILASTIC（登録商標）735ブラックRTVおよびSILASTIC（登録商標）732RTV（いずれもDow Corning製）；106 RTV Silicone Rubber（いずれもGeneral Electric製）；JCR6115CLEAR HTVおよびSE4705U HTVシリコーンゴム（Dow Corning Toray Silicones製）である。他の適切なシリコーン材料としては、シロキサン（例えば、ポリジメチルシリカサン）；フルオロシリコーン（例えば、Silicone Rubber 552（Sampson Coatings、リッチモンド、バージニアから入手可能））；液体シリコーンゴム、例えば、ビニル架橋した熱硬化性ゴム、またはシラノールを室温で架橋した材料などが挙げられる。別の特定の例は、Dow Corning Sylgard 182である。市販のLSRゴムとしては、Dow Corning製のDow Corning Q3-6395、Q3-6396、SILASTIC（登録商標）590 LSR、SILASTIC（登録商標）591 LSR、SILASTIC（登録商標）595 LSR、SILASTIC（登録商標）596 LSR、SILASTIC（登録商標）598 LSRが挙げられる。機能性中間層は、弾力性を付与し、必要な場合には、例えば、SiCまたはAl₂O₃のような無機粒子と混合してもよい。3040

【0013】

機能性中間層220として用いるのに適した材料の他の例としては、フルオロエラストマーも挙げられる。フルオロエラストマーは、（1）フッ化ビニリデン、ヘキサフルオロプロピレン、テトラフルオロエチレンのうち、2つのコポリマー；（2）フッ化ビニリデン、ヘキサフルオロプロピレン、テトラフルオロエチレンのターポリマー；（3）フッ化ビニリデン、ヘキサフルオロプロピレン、テトラフルオロエチレン、キュアサイトモノマーのテトラポリマーといった種類に由来する。これらのフルオロエラストマーは、種々の50

名称、例えば、VITON A（登録商標）、VITON B（登録商標）、VITON E（登録商標）、VITON E 60C（登録商標）、VITON E 430（登録商標）、VITON 910（登録商標）、VITON GH（登録商標）；VITON GF（登録商標）；VITON ETP（登録商標）で商業的に知られている。VITON（登録商標）という名称は、E.I.DuPont de Nemours, Incの商標である。キュアサイトモノマーは、4-ブロモペルフルオロブテン-1,1,1-ジヒドロ-4-ブロモペルフルオロブテン-1,3-ブロモペルフルオロプロペン-1,1,1-ジヒドロ-3-ブロモペルフルオロプロペン-1、または任意の他の適切な既知のキュアサイトモノマー（例えば、DuPontから市販されているもの）であってもよい。他の市販されているフルオロポリマーとしては、FLUOREL 2170（登録商標）、FLUOREL 2174（登録商標）、FLUOREL 2176（登録商標）、FLUOREL 2177（登録商標）、FLUOREL LVS 76（登録商標）、FLUOREL（登録商標）が挙げられ、これらは、3M Companyの登録商標である。さらなる市販材料としては、AFLAS（商標）というポリ（プロピレン-テトラフルオロエチレン）、FLUOREL II（登録商標）（LII900）というポリ（プロピレン-テトラフルオロエチレンビニリデンフルオリド）（これらも、3M Companyから入手可能）、FOR-60KIR（登録商標）、FOR-LHF（登録商標）、NM（登録商標）FOR-THF（登録商標）、FOR-TFS（登録商標）、TH（登録商標）、NH（登録商標）、P757（登録商標）TNS（登録商標）T439（登録商標）、PL958（登録商標）、BR9151（登録商標）、TN505（登録商標）として特定されるTecnoflon（Ausimontから入手可能）が挙げられる。
10

【0014】

3種類の既知のフルオロエラストマーの例としては、（1）フッ化ビニリデン、ヘキサフルオロプロピレン、テトラフルオロエチレンのうち、2つのコポリマー類、例えば、VITON A（登録商標）として商業的に知られているもの；（2）VITON B（登録商標）として商業的に知られている、フッ化ビニリデン、ヘキサフルオロプロピレン、テトラフルオロエチレンのターポリマー類；（3）VITON GH（登録商標）またはVITON GF（登録商標）として商業的に知られている、フッ化ビニリデン、ヘキサフルオロプロピレン、テトラフルオロエチレン、キュアサイトモノマーのテトラポリマー類が挙げられる。
20

【0015】

フルオロエラストマーであるVITON GH（登録商標）およびVITON GF（登録商標）は、フッ化ビニリデンの量が比較的少ない。VITON GF（登録商標）およびVITON GH（登録商標）は、約35重量%のフッ化ビニリデンと、約34重量%のヘキサフルオロプロピレンと、約29重量%のテトラフルオロエチレンと、約2重量%のキュアサイトモノマーとを有している。
30

【0016】

機能性中間層220の厚みは、約30μm～約1,000μm、約100μm～約800μm、または約150μm～約500μmである。
40

【0017】

（剥離層）

剥離層の例示的な実施形態は、フルオロポリマー粒子を含む。本明細書に記載の配合物で使用するのに適したフルオロポリマー粒子は、フッ素含有ポリマーを含む。これらのポリマーは、フッ化ビニリデン、ヘキサフルオロプロピレン、テトラフルオロエチレン、ペルフルオロアルキルビニルエーテル、およびこれらの混合物からなる群から選択されるモノマー繰り返し単位を含むフルオロポリマーを含む。フルオロポリマーは、直鎖または分枝鎖のポリマー、架橋したフルオロエラストマーを含んでいてもよい。フルオロポリマーの例としては、ポリテトラフルオロエチレン（PTFE）；ペルフルオロアルコキシポリマー樹脂（PFA）；テトラフルオロエチレン（TFE）とヘキサフルオロプロピレン（
50

HFP)とのコポリマー；ヘキサフルオロプロピレン(HFP)とフッ化ビニリデン(VDFまたはVF2)とのコポリマー；テトラフルオロエチレン(TFE)、フッ化ビニリデン(VDF)、ヘキサフルオロプロピレン(HFP)のターポリマー；テトラフルオロエチレン(TFE)、フッ化ビニリデン(VF2)、ヘキサフルオロプロピレン(HFP)のテトラポリマー、およびこれらの混合物が挙げられる。フルオロポリマー粒子は、化学的に安定および熱に安定であり、表面エネルギーが低い。フルオロポリマー粒子は、融点が約255～約360、または約280～約330である。これらの粒子が融解して剥離層230を形成する。

【0018】

フューザー部材200の場合、外側表面層または剥離層230は、約10μm～約100μm、約20μm～約80μm、または約40μm～約60μmであってもよい。

【0019】

(接着層)

場合により、任意の既知の接着層および入手可能な適切な接着層が、剥離層230、機能性中間層220、基板210の間に配置されていてもよい。適切な接着剤の例としては、アミノシランのようなシラン類(例えば、Dow Corning製のHV Primer 10)、チタネート、ジルコネート、アルミニネートなど、およびこれらの混合物が挙げられる。一実施形態では、接着剤は、約0.001%溶液～約10%溶液の形態で基板にのせられてもよい。接着層は、約2nm～約2,000nm、または約2nm～約500nmの厚みで基板または外側層にコーティングされてもよい。接着剤を、スプレー、コーティングまたはワイピングを含む既知の任意の適切な技術によってコーティングしてもよい。

【0020】

(基板層)

図1の基板層210として使用するのに適したポリイミド組成物を以下に記載する。ポリイミド組成物は、ステンレス鋼のような金属基板から自己剥離するような内部剥離剤を含む。ほとんどの参考文献は、ポリイミド層をコーティングする前に、金属基板の上に外部剥離層を塗布し、次いで、ポリイミド層を剥離することを報告している。この組成物は、必要なコーティング層がたった1つであるため、費用対効果が高い。

【0021】

この組成物は、ポリアミド酸と、リン酸エステルを含む内部剥離剤とを含む。ステンレス鋼からポリイミド層を完全に剥離するには、1重量%未満の内部剥離剤が必要である。いくつかの実施形態では、内部剥離剤は、約0.5重量%未満の量で存在する。いくつかの実施形態では、内部剥離剤は、約0.1重量%未満の量で存在する。基板組成物のポリイミドおよびリン酸エステルは、約99.9/0.1～約95/5の重量比で存在する。

【0022】

この組成物は、ポリアミド酸と、リン酸エステルを含む内部剥離剤とを含む。ステンレス鋼からポリイミド層を完全に剥離するには、約4重量%未満の内部剥離剤が必要である。いくつかの実施形態では、内部剥離剤は、約1重量%未満の量で存在する。いくつかの実施形態では、内部剥離剤は、約0.1重量%未満の量で存在する。

【0023】

開示されているポリアミド酸は、ピロメリット酸二無水物/4,4'-オキシジアニリンのポリアミド酸、ピロメリット酸二無水物/フェニレンジアミンのポリアミド酸、ビフェニルテトラカルボン酸二無水物/4,4'-オキシジアニリンのポリアミド酸、ビフェニルテトラカルボン酸二無水物/フェニレンジアミンのポリアミド酸、ベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物/4,4'-オキシジアニリンのポリアミド酸、ベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物/4,4'-オキシジアニリン/フェニレンジアミンのポリアミド酸など、およびこれらの混合物のうち、1つを含む。

【0024】

ピロメリット酸二無水物/4,4'-オキシジアニリンのポリアミド酸の市販例として

10

20

30

40

50

は、PYRE-ML RC5019 (N-メチル-2-ピロリドン (NMP) 中、約15~16重量%)、RC5057 (NMP / 芳香族炭化水素 = 80 / 20 中、約14.5~15.5重量%)、RC5083 (NMP / DMAc = 15 / 85 中、約18~19重量%) (すべて、Industrial Summit technology Corp.、パーリン、NJ製) ; FUJIFILM Electronic Materials U.S.A., Inc から市販されているDURIMIDE (登録商標) 100が挙げられる。

【0025】

ビフェニルテトラカルボン酸二無水物 / 4, 4' - オキシジアニリンのポリアミド酸の市販例としては、U-VARNISH A および S (NMP中、約20重量) (いずれも UBE America Inc.、ニューヨーク、NY製) が挙げられる。 10

【0026】

ビフェニルテトラカルボン酸二無水物 / フェニレンジアミンのポリアミド酸の市販例としては、PI-2610 (NMP中、約10.5重量)、PI-2611 (NMP中、約13.5重量) (いずれも HD MicroSystems、パーリン、NJ製) が挙げられる。

【0027】

ベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物 / 4, 4' - オキシジアニリンのポリアミド酸の市販例としては、RP46 および RP50 (NMP中、約18重量%) (いずれも Unitech Corp.、ハンプトン、VA製) が挙げられる。 20

【0028】

ベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物 / 4, 4' - オキシジアニリン / フェニレンジアミンのポリアミド酸の市販例としては、PI-2525 (NMP中、約25重量%)、PI-2574 (NMP中、約25重量%)、PI-2555 (NMP / 芳香族炭化水素 = 80 / 20 中、約19重量%)、PI-2556 (NMP / 芳香族炭化水素 / プロピレングリコールメチルエーテル = 70 / 15 / 15 中、約15重量%) (いずれも HD MicroSystems、パーリン、NJ製) が挙げられる。

【0029】

基板のために種々の量のポリアミド酸を選択してもよく、例えば、約90~約99.9重量%、約95~約99.8重量%、または約97~約99.5重量%の量を選択してもよい。 30

【0030】

中間転写体に含まれてもよい、他のポリアミド酸またはポリアミド酸エステルの例は、二無水物とジアミンとの反応に由来する。適切な二無水物としては、芳香族二無水物および芳香族テトラカルボン酸二無水物、例えば、9, 9 - ビス (トリフルオロメチル) キサンテン - 2, 3, 6, 7 - テトラカルボン酸二無水物、2, 2 - ビス (3, 4 - ジカルボキシフェニル) ヘキサフルオロプロパン二無水物、2, 2 - ビス ((3, 4 - ジカルボキシフェノキシ) フェニル) ヘキサフルオロプロパン二無水物、4, 4' - ビス (3, 4 - ジカルボキシ - 2, 5, 6 - トリフルオロフェノキシ) オクタフルオロビフェニル二無水物、3, 3', 4, 4' - テトラカルボキシビフェニル二無水物、3, 3', 4, 4' - テトラカルボキシベンゾフェノン二無水物、ジ - (4 - (3, 4 - ジカルボキシフェノキシ) フェニル) エーテル二無水物、ジ - (4 - (3, 4 - ジカルボキシフェノキシ) フェニル) スルフィド二無水物、ジ - (3, 4 - ジカルボキシフェニル) メタン二無水物、ジ - (3, 4 - ジカルボキシフェニル) エーテル二無水物、1, 2, 4, 5 - テトラカルボキシベンゼン二無水物、1, 2, 4 - トリカルボキシベンゼン二無水物、ブタンテトラカルボン酸二無水物、シクロヘンタントラカルボン酸二無水物、ピロメリット酸二無水物、1, 2, 3, 4 - ベンゼンテトラカルボン酸二無水物、2, 3, 6, 7 - ナフタレンテトラカルボン酸二無水物、1, 4, 5, 8 - ナフタレンテトラカルボン酸二無水物、1, 2, 5, 6 - ナフタレンテトラカルボン酸二無水物、3, 4, 9, 10 - ペリレンテトラカルボン酸二無水物、2, 3, 6, 7 - アントラセンテトラカルボン酸二無水物、1, 2 40 50

, 7 , 8 - フェナントレンテトラカルボン酸二無水物、 3 , 3 ' , 4 , 4 ' - ビフェニルテトラカルボン酸二無水物、 2 , 2 ' , 3 , 3 ' - ビフェニルテトラカルボン酸二無水物、 3 , 3 ' , 4 - 4 ' - ベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物、 2 , 2 ' , 3 , 3 ' - ベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物、 2 , 2 - ビス (3 , 4 - ジカルボキシフェニル) プロパン二無水物、 2 , 2 - ビス (2 , 3 - ジカルボキシフェニル) プロパン二無水物、 ビス (3 , 4 - ジカルボキシフェニル) エーテル二無水物、 ビス (2 , 3 - ジカルボキシフェニル) エーテル二無水物、 ビス (3 , 4 - ジカルボキシフェニル) スルホン二無水物、 ビス (2 , 3 - ジカルボキシフェニル) スルホン 2 , 2 - ビス (3 , 4 - ジカルボキシフェニル) - 1 , 1 , 1 , 3 , 3 , 3 - ヘキサフルオロプロパン二無水物、 2 , 2 - ビス (3 , 4 - ジカルボキシフェニル) - 1 , 1 , 1 , 3 , 3 , 3 - ヘキサクロロプロパン二無水物、 1 , 1 - ビス (2 , 3 - ジカルボキシフェニル) エタン二無水物、 1 , 1 - ビス (3 , 4 - ジカルボキシフェニル) エタン二無水物、 ビス (2 , 3 - ジカルボキシフェニル) メタン二無水物、 ビス (3 , 4 - ジカルボキシフェニル) メタン二無水物、 4 , 4 ' - (p - フェニレンジオキシ) ジフタル酸二無水物、 4 , 4 ' - (m - フェニレンジオキシ) ジフタル酸二無水物、 4 , 4 ' - ジフェニルスルホンジオキシビス (4 - フタル酸) 二無水物、 メチレンビス (4 - フェニレンオキシ - 4 - フタル酸) 二無水物、 エチリデンビス (4 - フェニレンオキシ - 4 - フタル酸) 二無水物、 イソプロピリデンビス - (4 - フェニレンオキシ - 4 - フタル酸) 二無水物、 ヘキサフルオロイソプロピリデンビス (4 - フェニレンオキシ - 4 - フタル酸) 二無水物などが挙げられる。ポリアミド酸の調製に使用するのに適した例示的なジアミンとしては、 4 , 4 ' - ビス - (m - アミノフェノキシ) - ビフェニル、 4 , 4 ' - ビス - (m - アミノフェノキシ) - ジフェニルスルフィド、 4 , 4 ' - ビス - (m - アミノフェノキシ) - ジフェニルスルホン、 4 , 4 ' - ビス - (p - アミノフェノキシ) - ジフェニルスルフィド、 4 , 4 ' - ビス - (p - アミノフェノキシ) - ジフェニルスルホン、 4 , 4 ' - ジアミノ - アソベンゼン、 4 , 4 ' - ジアミノビフェニル、 4 , 4 ' - ジアミノジフェニルスルホン、 4 , 4 ' - ジアミノ - p - ターフェニル、 1 , 3 - ビス - (- アミノプロピル) - テトラメチル - ジシロキサン、 1 , 6 - ジアミノヘキサン、 4 , 4 ' - ジアミノジフェニルメタン、 3 , 3 ' - ジアミノジフェニルメタン、 1 , 3 - ジアミノベンゼン、 4 , 4 ' - ジアミノジフェニルエーテル、 2 , 4 ' - ジアミノジフェニルエーテル、 3 , 3 ' - ジアミノジフェニルエーテル、 3 , 4 ' - ジアミノジフェニルエーテル、 1 , 4 - ジアミノベンゼン、 4 , 4 ' - ジアミノ - 2 , 2 ' , 3 , 3 ' , 5 , 5 ' , 6 , 6 ' - オクタフルオロ - ビフェニル、 4 , 4 ' - ジアミノ - 2 , 2 ' , 3 , 3 ' , 5 , 5 ' , 6 , 6 ' - オクタフルオロジフェニルエーテル、 ビス [4 - (3 - アミノフェノキシ) - フェニル] スルフィド、 ビス [4 - (3 - アミノフェノキシ) フェニル] スルホン、 ビス [4 - (3 - アミノフェノキシ) フェニル] ケトン、 4 , 4 ' - ビス (3 - アミノフェノキシ) ビフェニル、 2 , 2 - ビス [4 - (3 - アミノフェノキシ) フェニル] - プロパン、 2 , 2 - ビス [4 - (3 - アミノフェノキシ) フェニル] - 1 , 1 , 1 , 3 , 3 , 3 - ヘキサフルオロプロパン、 4 , 4 ' - ジアミノジフェニルスルフィド、 4 , 4 ' - ジアミノジフェニルエーテル、 4 , 4 ' - ジアミノジフェニルスルホン、 4 , 4 ' - ジアミノジフェニルメタン、 1 , 1 - ジ (p - アミノフェニル) エタン、 2 , 2 - ジ (p - アミノフェニル) プロパン、 2 , 2 - ジ (p - アミノフェニル) - 1 , 1 , 1 , 3 , 3 , 3 - ヘキサフルオロプロパンなど、 およびこれらの混合物が挙げられる。

【0031】

二無水物およびジアミンは、 例えば、 二無水物とジアミンとの重量比が約 20 : 80 ~ 約 80 : 20 になるように、 より特定的には、 約 50 : 50 の重量比になるように選択される。上述の芳香族二無水物 (芳香族テトラカルボン酸二無水物のような) およびジアミン (芳香族ジアミンのような) をそれぞれ 1 種類用いるか、 または混合物として用いる。

【0032】

ポリアミド酸 (例えば、 ピロメリット酸二無水物 / 4 , 4 - オキシジアニリンのポリア

10

20

30

40

50

ミド酸)とともに、内部剥離剤として選択されるリン酸エステルの例としては、多くの既知のリン酸エステルが挙げられ、より特定的には、リン酸エステルは、アルキルアルコールアルコキシレート(例えば、アルキルアルコールエトキシレート)、アルキルフェノールアルコキシレート(例えば、アルキルフェノールエトキシレート)、アルキルポリエトキシエタノール(例えば、アルキルポリアルコキシエタノール)、アルキルフェノキシボリアルコキシエタノール(例えば、アルキルフェノキシボリエトキシエタノール)のリン酸エステル、これらの混合物、およびアルキルおよびアルコキシが、例えば、1~約36個の炭素原子、1~約18個の炭素原子、1~約12個の炭素原子、1~約6個の炭素原子を含むか、場合によりこれらの混合物であるような対応するアルコキシエステルなどである。

10

【0033】

アルキルアルコールエトキシレートのリン酸エステルの例としては、エトキシ(EO)の平均モル数が、それぞれ約3、6、12である、POLYSTEP(登録商標)P-11、P-12およびP-13(STEPAN Company、ノースフィールド、ILから入手可能なトリデシルアルコールエトキシレートホスフェート)が挙げられる。アルキルフェノールエトキシレートのリン酸エステルの例としては、エトキシ(EO)の平均モル数が、それぞれ約4、6、8、10、12である、POLYSTEP(登録商標)P-31、P-32、P-33、P-34、P-35(STEPAN Company、ノースフィールド、ILから入手可能なノニルフェノールエトキシレートホスフェート)が挙げられる。アルキルポリエトキシエタノールのリン酸エステルの例としては、エトキシ(EO)の平均モル数が、それぞれ約3、6、12である、STEPFAC(商標)8180、8181および8182(STEPAN Company、ノースフィールド、ILから入手可能なポリエチレングリコールモノトリデシルエーテルホスフェート)が挙げられる。アルキルフェノキシボリエトキシエタノールのリン酸エステルの例としては、エトキシ(EO)の平均モル数が、それぞれ約10、6、4、8、12である、STEPFAC(商標)8170、8171、8172、8173、8175(STEPAN Company、ノースフィールド、ILから入手可能なノニルフェノールエトキシレートホスフェート)、エトキシ(EO)の平均モル数が約16であるTSP-PE(STEPAN Company、ノースフィールド、ILから入手可能なトリスチリルフェノールエトキシレートホスフェート)が挙げられる。

20

【0034】

基板のために種々の量のリン酸エステルを選択してもよく、例えば、約0.1~約10重量%、約0.2~約5重量%、または約0.5~約3重量%の量を選択してもよい。

【0035】

ポリイミド基板組成物は、場合により、コーティングを強化するか、または平滑にするために、ポリシロキサンコポリマーを含んでいてもよい。ポリシロキサンコポリマーの濃度は、約1重量%未満であるか、または約0.2重量%未満である。任意のポリシロキサンコポリマーは、BYK Chemicalから商品名BYK(登録商標)310(キシレン中、約25重量%)および370(キシレン/アルキルベンゼン/シクロヘキサンノモノフェニルグリコール=75/11/7/7中、約25重量%)で市販されているポリエステル修飾されたポリジメチルシロキサン; BYK Chemicalから商品名BYK(登録商標)330(メトキシプロピルアセテート中、約51重量%)および344(キシレン/イソブタノール=80/20中、約52.3重量%)、BYK(登録商標)-SILCLEAN 3710および3720(メトキシプロパノール中、約25重量%)で市販されているポリエーテル修飾されたポリジメチルシロキサン; BYK Chemicalから商品名BYK(登録商標)-SILCLEAN 3700(メトキシプロピルアセテート中、約25重量%)で市販されているポリアクリレート修飾されたポリジメチルシロキサン; または、BYK Chemicalから商品名BYK(登録商標)375(ジ-プロピレングリコールモノメチルエーテル中、約25重量%)で市販されているポリエステルポリエーテル修飾されたポリジメチルシロキサンを含む。基板のポリイミド

40

50

、リン酸エステル、ポリシロキサンポリマーは、約 99.9 / 0.09 / 0.01 ~ 約 95 / 4 / 1 の重量比で存在する。

【0036】

ポリイミド基板組成物は、溶媒を含む。組成物を作成するのに選択される溶媒の例としては、トルエン、ヘキサン、シクロヘキサン、ヘプタン、テトラヒドロフラン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、N,N'-ジメチルホルムアミド、N,N'-ジメチルアセトアミド、N-メチルピロリドン(NMP)、塩化メチレンなど、およびこれらの混合物が挙げられ、溶媒は、例えば、コーティング混合物の重量を基準として、約70重量% ~ 約95重量%、80重量% ~ 約90重量%の量になるように選択される。

【0037】

ポリイミド組成物を、望ましい生成物の円周になるように、溶接したステンレス鋼ベルトの外側表面にフローコーティングする。つなぎ目の厚みおよびプロフィールを最低限にすることができる、基板ベルトの表面仕上げおよび粗さは、特定のものであってもよく、例えば、粗くなめしたベルト、または磨いたベルトは、ポリイミド層を剥離するのに良好である。このような構造によって、種々の長さおよび幅を有するベルトを簡単に製造することができる。回転マンドレルを用いることは、それぞれのベルトが別個のマンドレルを必要とするため、製造可能なベルトの幅および長さを制限する。

【0038】

一実施形態では、コーティングベルト基板は、 R_a が約 0.05 μm ~ 0.2 μm、または約 0.1 ~ 約 0.15 μm であり； R_{max} が、0.75 μm ~ 約 1 μm、または約 0.8 μm ~ 約 0.9 μm の粗くなめしたベルト基板である。この基板からフローコーティングされたポリイミドフューザー基板の裏側は、同様に粗くなめした状態であり、これにより識別することができる。

【0039】

別の実施形態では、コーティングベルト基板は、 R_a が約 0.15 μm ~ 約 0.35 μm、または約 0.2 ~ 約 0.3 μm であり； R_{max} が、2 μm ~ 約 4 μm、または約 2.5 μm ~ 約 3.5 μm の磨いたベルト基板である。この基板からフローコーティングされたポリイミドフューザー基板の裏側は、同様に磨かれた状態であり、これにより識別することができる。

【0040】

ポリイミド層の厚みは、シングルパスコーティングまたはマルチパスコーティングによって達成することができる。シングルパスの場合、ポリイミド層をコーティングし、約 125 ~ 約 190 で約 30 ~ 約 90 分かけて前硬化させ、次いで、約 250 ~ 約 370 で約 30 ~ 約 90 分かけて完全に硬化させる。マルチパス(例えば、デュアルパス)の場合、底部のポリイミド層を基板にコーティングし、約 125 ~ 約 190 で約 30 ~ 約 90 分かけて前硬化させ、次いで、上部のポリイミド層をコーティングし、約 125 ~ 約 190 で約 30 ~ 約 90 分かけて前硬化させ、最後に、この二重層を約 250 ~ 約 370 で約 30 ~ 約 90 分かけて完全に硬化させる。一実施形態では、ステンレス鋼のベルトを基板として用いる。コーティングを熱硬化させている間、基板を約 20 rpm ~ 約 100 rpm の速度で回転させる。ポリイミド層は、硬化プロセスの間ずっと、コーティング基板にとどまっている。

【0041】

他の実施形態では、シングルパスの場合、ポリイミド層をコーティングし、約 125 ~ 約 190 で約 30 ~ 約 90 分かけて前硬化させる。マルチパス(例えば、デュアルパス)の場合、底部のポリイミド層を基板にコーティングし、約 125 ~ 約 190 で約 30 ~ 約 90 分かけて前硬化させ、次いで、上部のポリイミド層をコーティングし、約 125 ~ 約 190 で約 30 ~ 約 90 分かけて前硬化させる。一実施形態では、ステンレス鋼のベルトを基板として用いる。コーティングを熱硬化させている間、基板を約 20 rpm ~ 約 100 rpm の速度で回転させる。

【0042】

10

20

30

40

50

前硬化させたポリイミドベルトは、ステンレス鋼のベルトから自己剥離し、次いで、図2に示される構造で引っ張りつつ、このベルトを約250～約370で約30～約90分かけて完全に硬化させる。この最終的な硬化は、約1kg～約10kgの張力をかけて行う。図2に示されるように、前硬化したベルト210を、2個のローラー250の間で引っ張りつつ、矢印20の方向に回転させる。最終的な硬化によって、フューザー部材として使用するのに適した弾性率を示すベルトが得られる。

【0043】

上述の組成物中、またはフューザーベルトの種々の層の中に、添加剤、およびさらなる導電性フィラーまたは非導電性フィラーが存在していてもよい。種々の実施形態では、他のフィラー材料または添加剤（例えば、無機粒子を含む）をコーティング組成物に使用してもよく、その後に形成される表面層に用いてもよい。本明細書で使用する導電性フィラーハとては、カーボンブラック（例えば、カーボンブラック、グラファイト、フラーレン、アセチレンブラック、フッ素化カーボンブラックなど）；カーボンナノチューブ、金属酸化物およびドープされた金属酸化物、例えば、酸化スズ、酸化アンチモン、アンチモンがドープされた酸化スズ、二酸化チタン、酸化インジウム、酸化亜鉛、酸化インジウム、インジウムがドープされた三酸化スズなど；およびこれらの混合物が挙げられる。特定のポリマー、例えば、ポリアニリン、ポリチオフェン、ポリアセチレン、ポリ(p-フェニレンビニレン)、ポリ(p-フェニレンスルフィド)、ピロール、ポリインドール、ポリピレン、ポリカルバゾール、ポリアズレン、ポリアゼピン、ポリ(フッ素)、ポリナフタレン、有機スルホン酸塩、リン酸エステル、脂肪酸エステル、アンモニウム塩またはホスホニウム塩、およびこれらの混合物を、導電性フィラーとして用いてもよい。種々の実施形態では、当業者に知られている他の添加剤を入れ、開示されているコンポジット材料を作成することもできる。

【実施例】

【0044】

実験的に、重量比99.3/0.5/0.2のピロメリット酸二無水物/4,4'-オキシジアニリンのポリアミド酸/アルキルフェノールエトキシレートのリン酸エステル/ポリエステル-コ-ポリシロキサンの組成物（実施例1）をNMP中で固形分約13重量%になるように調製し、ピロメリット酸二無水物/4,4'-オキシジアニリンのポリアミド酸は、Industrial Summit Technology Corp.（パリーン、NJ）から商品名PYRE-ML RC5019（N-メチル-2-ピロリドン（NMP）中、約15～16重量%）で市販されていた。アルキルフェノールエトキシレートのリン酸エステルは、Stepan Company（ノースフィールド、IL）から商品名POLYSTEP（登録商標）P-34（エトキシの平均モル数が約10である、ノニルフェノールエトキシレートホスフェート）で市販されていた。ポリエステル-コ-ポリシロキサンは、BYK Chemicalから商品名BYK（登録商標）310（キシレン中、約25重量%）で市販されていた。透明コーティング溶液をステンレス鋼ベルトにフローコーティングし、次いで、125で30分間硬化させ、次いで、190で30分間硬化させた。厚みが40μmのポリイミド上部層をステンレス鋼基板ベルトの上に作成した。次いで、第2のパスによって、ポリイミド層を、すでに存在しているポリイミド層の上部にコーティングし、125で30分間硬化させ、次いで、190で30分間硬化させた。このデュアルパスコーティングによって、80μmのポリイミドベルトを製造した。

【0045】

前硬化したポリイミドベルトを、ステンレス鋼基板ベルトから自己剥離させた。前硬化したポリイミドベルトを、1kgの張力をかけ、320でさらに1時間硬化させた。平滑な表面を有し、厚みが約80μmのつなぎ目のないポリイミドベルトを得た。

【0046】

重量比99.1/0.9の、ビフェニルテトラカルボン酸二無水物/4,4'-オキシジアニリンのポリアミド酸/アルキルフェノキシポリエトキシエタノールのリン酸エステ

10

20

30

40

50

ルの他の組成物（実施例2）をNMP中で固体分約18重量%になるように調製し、ビフェニルテトラカルボン酸二無水物/4,4'-オキシジアニリンのポリアミド酸は、U B E America Inc.（ニューヨーク、NY）から商品名U-VARNISH S（NMP中、約20重量%）で市販されていた。アルキルフェノキシポリエトキシエタノールのリン酸エステルは、Stepan Company（ノースフィールド、IL）から商品名STEPFAC（商標）8171（エトキシ（EO）の平均モル数が約6である、ノニルフェノールエトキシレートホスフェート）で市販されていた。透明コーティング溶液をステンレス鋼ベルトにコーティングし、次いで、125℃で30分間硬化させ、190℃で30分間硬化させ、320℃で60分間硬化させた。得られたポリイミド膜を基板から自己剥離させ、80μmの平滑なポリイミド膜を得た。

10

【図1】

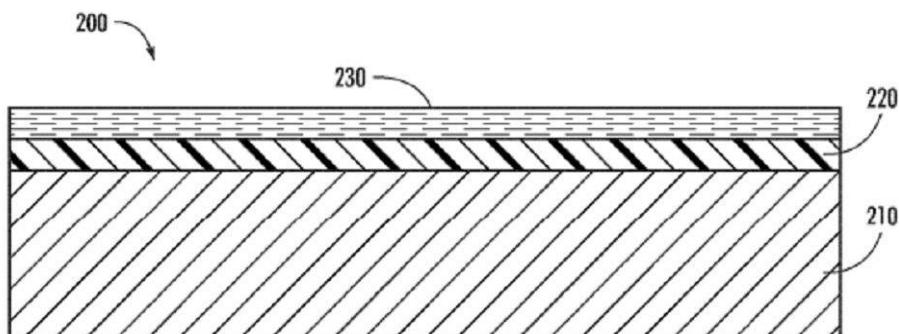


図1

【図2】

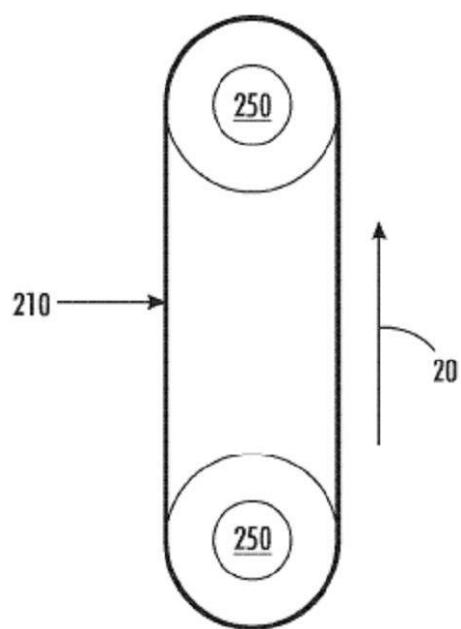


図2

フロントページの続き

(51)Int.Cl.	F I		
B 0 5 D	1/30 (2006.01)	B 0 5 D	1/30
B 0 5 D	7/24 (2006.01)	B 0 5 D	7/24 3 0 2 X
B 0 5 D	3/02 (2006.01)	B 0 5 D	3/02 Z

(72)発明者 ジョナサン・エイチ・ヘルコ
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 5 6 8 ウォルワース メープル・アヴェニュー 3 0 3
1

(72)発明者 フランシスコ・ジェイ・ロペス
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 6 2 0 ロチェスター マルベリー・ストリート 1 5 1

(72)発明者 カイル・ビー・トールマン
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 4 2 5 ファーミントン フェザンツ・クロッシング 6
2 1 2

(72)発明者 ダンテ・エム・ピエトラントーニ
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 6 0 7 ロチェスター ダートマウス・ストリート 2 2
3

(72)発明者 マイケル・エス・レトカー
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 1 4 5 8 0 ウェブスター ローリングズ・ラン 8 2 7

審査官 杉山 輝和

(56)参考文献 特開平02-301409(JP, A)
特開2005-338793(JP, A)
特公昭62-060416(JP, B1)
特開2007-229944(JP, A)
特開平11-024427(JP, A)
特開2006-256098(JP, A)
特開2009-226632(JP, A)
特開2009-227874(JP, A)
特開2009-167235(JP, A)
特開2002-284898(JP, A)
特開昭62-157110(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G 0 3 G 1 5 / 2 0
G 0 3 G 1 5 / 1 4 - 1 5 / 1 6
B 2 9 C 4 1 / 0 0 - 4 1 / 3 6
C 0 8 J 5 / 1 8
C 0 8 L 7 9 / 0 8
C 0 8 K 5 / 5 2 1
C 0 8 L 8 3 / 1 0