(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3684764号
(P3684764)
(45)発行日　平成17年8月17日(2005.8.17)　(24)登録日　平成17年6月10日(2005.6.10)

(51)Int.Cl.[7]　F I
G03G 5/14　G03G 5/14 101B
G03G 5/14 101D

請求項の数 1　(全 12 頁)

(21)出願番号　特願平9-170014
(22)出願日　平成9年6月26日(1997.6.26)
(65)公開番号　特開平11-15182
(43)公開日　平成11年1月22日(1999.1.22)
審査請求日　平成14年5月20日(2002.5.20)

(73)特許権者　303000372
コニカミノルタビジネステクノロジーズ株式会社
東京都千代田区丸の内一丁目６番１号
(74)代理人　100062144
弁理士　青山　葆
(74)代理人　100103115
弁理士　北原　康廣
(72)発明者　徳竹　重明
大阪府大阪市中央区安土町二丁目３番１３号大阪国際ビル　ミノルタ株式会社内
(72)発明者　坂本　光俊
大阪府大阪市中央区安土町二丁目３番１３号大阪国際ビル　ミノルタ株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】電子写真感光体

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
アクリル系組成物を含む電解液中においてアルミニウムまたはアルミニウム合金支持体の表面を陽極酸化した後、封孔処理を施して得られる感光体基体に、少なくとも感光層を設けてなり、前記アクリル系組成物が、メタクリル化合物、重合開始剤、重合促進剤および重合禁止剤からなることを特徴とする電子写真感光体。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は電子写真装置において用いられる電子写真感光体に関する。
【０００２】
【従来の技術】
電子写真の技術は、複写機の分野で発展してきており、最近では従来の装置とは比較にならない程の高画質、高速性、静粛性により急速に普及し、中でもデジタル信号のデータ処理システムの目覚ましい進歩に伴い、レーザービームプリンタ、デジタル複写機等が特に注目されてきた。これらの装置に用いられる画像形成方法としては、光の有効利用あるいは解像力を上げる目的から、レーザービーム等の光を照射した部分にトナーを付着させて画像を形成する反転現像方式が採用されている。しかし反転現像方式において、未露光部で導電性基体から感光層への電荷の注入が起こると、表面電荷が微視的に消失または減少し、本来トナー像が形成されるべきでないところに形成されて、いわゆる黒ポチと呼ばれ

る画像ノイズが発生する。この黒ポチは白地にトナーが局所的に付着した状態であるから、黒地部分が白くぬける正規現像の場合と比べて非常に目立ち、画像品質を著しく低下させるものである。

【０００３】

これらの電子写真装置で使用される感光体は、一般にアルミニウムまたはアルミニウム合金等の導電性の感光体基体上に感光層を形成してなり、層構成としては、導電性基体上に、電荷発生層、電荷輸送層を順次積層した機能分離積層型構成が広く用いられている。このような感光体においては、現像時に導電性基体から電荷発生層への電荷の注入が起こって黒ポチが発生するのを防止するため、感光体基体表面を陽極酸化して陽極酸化層を設ける構成がすでに提案されているが、かかる陽極酸化層を有する基体上に上記感光層を形成しても感光層から陽極酸化層への電荷移動がスムーズにいかず、得られる感光体の特性に悪影響を及ぼしたり、陽極酸化処理による該基体表面積の増加により、処理液あるいは洗浄液中の不純物が付着し、再び黒ポチが発生するという問題が生じていた。

【０００４】

そこで、特開昭６３－１１６１６３号公報では陽極酸化処理した感光体基体表面を酢酸ニッケル水溶液により封孔処理する技術が開示されているが上記問題を完全に解決することはできない。

【０００５】

また、陽極酸化処理して得られた感光体基体上の多孔性陽極酸化層を樹脂で充填処理して当該層における孔を封孔する技術も知られている。すなわち、特開昭６３－２９６０５１号公報では陽極酸化層の孔をシランカップリング剤を介して含フッ素有機樹脂により充填し、その上に感光層を形成する技術が、特開平２－９９９６２号公報では陽極酸化層を撥水性物質で封孔処理し、その上に感光層を形成する技術が開示されている。しかしながら、いずれの技術においても、電荷発生層への電荷注入を完全に防止することはできず、また感光層との接着性が十分ではなく、上記問題を完全に解決するには至っていないのが現状である。

【０００６】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、いかなる環境下においても黒ポチ等の画像ノイズを発生しない電子写真感光体を提供することを目的とする。

【０００７】

【課題を解決するための手段】

本発明は、アクリル系組成物を含む電解液中においてアルミニウムまたはアルミニウム合金支持体の表面を陽極酸化した後、封孔処理を施して得られる感光体基体に、少なくとも感光層を設けてなることを特徴とする電子写真感光体に関する。

【０００８】

本発明の発明者等は、鋭意研究の結果、アクリル系組成物を含む電解液中においてアルミニウムまたはアルミニウム合金支持体表面を陽極酸化処理することによって、電解重合によりアクリル系重合体を生成させつつ、陽極酸化処理して得られた陽極酸化層の孔に該重合体を充填して封孔して複合アルマイト層を形成し、その後さらに封孔処理を行うことによって、いかなる環境下、特に高温高湿下においても黒ポチ等のノイズが発生しない優れた画像を提供できる電子写真感光体を得ることができることを見いだした。本明細書中、陽極酸化処理時、電解液中にアクリル系組成物が存在するために形成される重合体は、該組成物中に含まれる後述のメタクリル化合物から形成され得る全ての重合体を指すものとし、従って該メタクリル化合物のオリゴマー等も含まれるものとする。

【０００９】

本発明の感光体に用いられるアルミニウムまたはアルミニウム合金支持体の材質については特に限定されるものではなく、従来から用いられているものが使用可能である。しかし、アルミニウム合金中の混在異種金属の結晶粒径が大きいと酸化層の薄い部分ができて抵抗値が低くなり、支持体側から感光層側への電荷の注入か生じやすくなる傾向があるため

、混在異種金属の結晶粒径が小さい材質のアルミニウム合金を用いることが好ましい。

【００１０】

本発明において行われる陽極酸化処理は、例えばクロム酸、硫酸、シュウ酸、ホウ酸、スルファミン酸等の酸性電解液中で行われ、特に硫酸中での陽極酸化処理が最も好ましい。本発明においては当該電解液中にアクリル系組成物が溶解されたものを用いる。

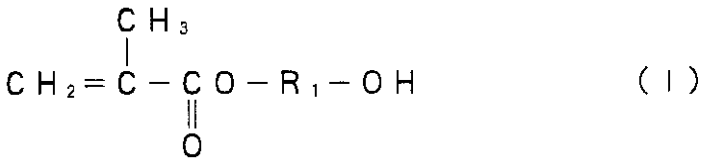
【００１１】

電解液中に含まれるアクリル系組成物とは、少なくともメタクリル化合物、重合開始剤、重合促進剤および重合禁止剤からなる混合物を意味し、該アクリル系組成物は、電解液中における濃度が８～１５ｇ／ｌ、好ましくは１０～１２ｇ／ｌになるよう陽極酸化処理に先立って電解液に溶解されている。濃度が８ｇ／ｌ未満では生成される重合体が陽極酸化層の孔に充填される確率が低くなり電荷注入防止効果が低下し、一方、１５ｇ／ｌより高いと感光層との接着性が低下する。

【００１２】

メタクリル化合物としては下記式（Ｉ）：

【化１】



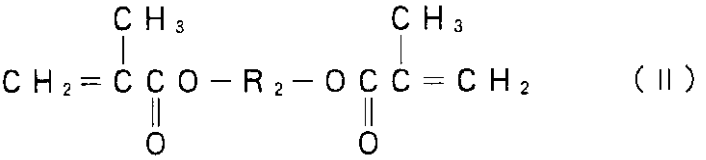
（Ｉ）

（式中、R_1は炭素原子数１～１０のアルキレン基を示し、直鎖であっても枝分かれしていてもよい。）で表されるヒドロキシアルキルメタクリレートが挙げられ、これらのうちヒドロキシプロピルメタクリレートが最も好ましい。これらヒドロキシアルキルメタクリレートはアクリル系組成物総重量に対し６０～７５重量％、好ましくは６０～７０重量％の割合で含まれている。アクリル系組成物中、６０重量％より少ないと、陽極酸化層の孔に充填され、該層表面上に皮膜として存在する重合体と陽極酸化層との接着性が悪化し、ブロッキング性が低下する。一方、７５重量％より多いと上記皮膜と感光層との接着性が悪化する。

【００１３】

また、メタクリル化合物としては下記式（II）：

【化２】

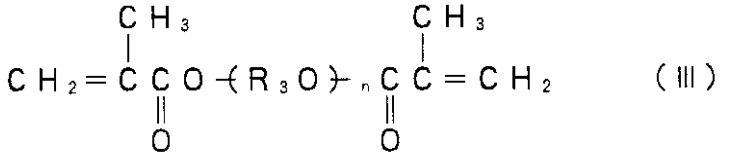


（II）

（式中、R_2は炭素原子数２～６のアルキレン基を示し、直鎖であっても枝分かれしていてもよい。）で表されるモノアルキレングリコールジメタクリレート、例えば、エチレングリコールジメタクリレート、１,３－ブチレングリコールジメタクリレート、ネオペンチルグリコールジメタクリレート、１,６－ヘキサンジオールジメタクリレートや下記式（III）：

【００１４】

【化３】



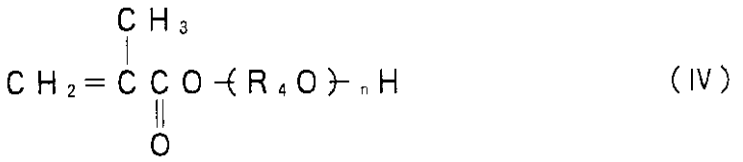
（III）

（R_3はエチレン基またはプロピレン基（トリメチレン基を含む）であり、ｎは２～１４の整数を示す。）で表されるポリアルキレングリコールジメタクリレート、例えば、ジエチレングリコールジメタクリレート、トリエチレングリコールジメタクリレート、テトラエチレングリコールジメタクリレート、ノナエチレングリコールジメタクリレート、テトラデカエチレングリコールジメタクリレート、ジプロピレングリコールジメタクリレート、ノナプロピレングリコールジメタクリレート等が挙げられ、(Ｉ)～(III)の化合物を適宜組み合わせて用いる。この中でも得られるアクリル重合体の剛性や感光層との接着性を調整する観点から上記ヒドロキシアルキルメタクリレートを主成分としてモノアルキレングリコールジメタクリレートおよび／またはポリアルキレングリコールジメタクリレートとを混合して用いてもよい。(II)、(III)の合計量がアクリル系組成物総重量に対し５～１５重量％、好ましくは８～１２重量％の割合で混合することが好ましい。アクリル系組成物中、５重量％より少ないと、陽極酸化層の孔に充填され、該層表面上に皮膜として存在する重合体と陽極酸化層との接着性が悪化し、ブロッキング性が低下する。一方、１５重量％より多いと上記皮膜と感光層との接着性が悪化する。

【００１５】

さらには、さらなる上記の剛性および接着性向上の観点からメタクリル化合物として下記式（IV）：

【化４】



（IV）

（R_4はエチレン基またはプロピレン基（トリメチレン基を含む）であり、ｎは１～２０の整数を示す。）で表されるポリアルキレングリコールモノメタクリレート、例えば、ポリエチレングリコールモノメタクリレート（数平均分子量；９０～５００、ポリプロピレングリコールモノメタクリレート（数平均分子量；２００～１０００）等から選択される１またはそれ以上の化合物を上記ヒドロキシアルキルメタクリレートと混合して用いてもよい。これらポリアルキレングリコールモノメタクリレートはアクリル系組成物総重量に対し１５～２５重量％、好ましくは１５～２０重量％の割合で混合される。アクリル系組成物中、１５重量％より少ないと、陽極酸化層の孔に充填され、該層表面上に皮膜として存在する重合体と陽極酸化層との接着性が悪化し、ブロッキング性が低下する。一方、２５重量％より多いと上記皮膜と感光層との接着性が悪化する。

【００１６】

本発明に用いられるアクリル系組成物中に含まれるメタクリレート化合物として、最も好ましい組み合わせはヒドロキシプロピルメタクリレート、ネオペンチルグリコールジメタクリレート、ポリエチレングリコールモノメタクリレートおよびトリエチレングリコールジメタクリレートを用いることであり、この場合、それぞれ順にアクリル系組成物総重量に対し６０～７５重量％、５～１５重量％、１５～２５重量％、０．５～２重量％の割合で混合されることがさらに好ましい。

【００１７】

重合開始剤としては重合を開始させることができ、かつ、電解液に溶解し得るものであれば、従来から重合開始剤として用られているものを使用することができ、例えば、ベンゾイルペルオキシド、ラウロイルペルオキシド、アセチルペルオキシド、ｔ－ブチルヒドロ

ペルオキシド、ジ－ｔ－ブチルペルオキシド、２,５－ジメチル－２,５－ジ（ｔ－ブチルペルオキシ）ヘキサン、ｔ－ブチルパーベンゾエート、ｔ－ブチルパーオクトエート等から１またはそれ以上選択して用いられる。これら重合開始剤は、アクリル系組成物総重量に対し０.１～２.０重量％、好ましくは０.７～１.２重量％の割合で含まれる。０.１重量％未満では重合が不十分となり、２.０重量％を越えると重合にムラが生じ、感光体基体上に形成された重合体による膜の厚みが不均一となる。

【００１８】

重合促進剤としては重合を促進させることができ、かつ、電解液に溶解し得るものであれば、従来から重合促進剤として用られているものを使用することができ、例えば、ジメチルアニリン、Ｎ,ｎ－ジエチルアニリン、Ｎ,ｎ－ジメチルパラトルイジン、Ｎ－エチル－メタトルイジン、フェニルモルホリン、ジエタノールアニリン、ジシアンジアミド等から１またはそれ以上選択して使用することができる。これら重合促進剤は、アクリル系組成物総重量に対し０.０５～０.５重量％、好ましくは０.１～０.３重量％の割合で含まれる。０.０５重量％未満では重合が不十分となり、０.５重量％を越えると重合にムラが生じ、感光体基体上に形成された重合体による膜の厚みが不均一となる。

【００１９】

重合禁止剤としては、例えば、ｐ－ベンゾキノン、２,５－ジフェニル－ｐ－ベンゾキノン、ヒドロキノン、２,５－ジ－ｔ－ブチルヒドロキノン、ヒドロキノンモノメチルエーテル、ｐ－メトキシフェノール、ピロガロール等から１またはそれ以上選択して使用することができる。これら重合禁止剤は、アクリル系組成物総重量に対し０.００５～０.１重量％、好ましくは０.０１～０.０４重量％の割合で含まれる。０.００５重量％未満では電解液のポットライフが短くなり、０.１重量％を越えると重合が不十分となる。

【００２０】

本発明においては、少なくとも上記のメタクリル化合物、重合開始剤、重合促進剤および重合禁止剤からなるアクリル系組成物を含む電解液中において陽極酸化処理が行われる。具体的には、アクリル系組成物を含む硫酸中での陽極酸化の場合、アクリル系組成物濃度は８～１５ｇ／ｌ、好ましくは１０～１２ｇ／ｌ、硫酸濃度は１００～３００ｇ／ｌ、好ましくは１５０～２００ｇ／ｌ、溶存アルミニウム濃度は２～１５ｇ／ｌ、液温は０～５℃、電解電圧は２５～５０Ｖ、好ましくは２５～４０Ｖの範囲に設定するのが望ましい。さらに本発明においては、画像品質の観点から電流密度０．６～２．０Ａ／ｄｍ^2、好ましくは０．８～１．２Ａ／ｄｍ^{2}程度の低電流密度で、１５～６０分間程度の比較的長い時間にわたって陽極酸化処理することが望ましい。なお、上記電解液中にはアクリル系組成物の他、所望によりガス発生防止の目的からノニオン性界面活性剤含有ガス発生抑制剤を０.３～１.０ｍｌ／ｌの濃度で含有させることもできる。

【００２１】

このようにアクリル系組成物を含む電解液中において、アルミニウムまたはアルミニウム合金支持体表面を陽極酸化処理することによって、アルミニウム等の支持体表面は陽極酸化されると同時に、電解液中のアクリル系組成物は酸イオン化されて電解重合し、この重合体が、形成された陽極酸化層における孔に充填され、さらには陽極酸化層表面を被覆して複合アルマイト層が形成されると考えられる。このときの複合アルマイト層の膜厚は、１０～５０μｍ、好ましくは２０～４０μｍとするのが望ましい。１０μｍ未満であると、電荷注入防止層としての陽極酸化層の機能が低下し、一方５０μｍを越えるとコスト高となるだけでこれ以上の膜厚は必要ない。なお、複合アルマイト層の膜厚とは陽極酸化層の膜厚と、重合体による被膜が陽極酸化層表面に被覆形成されている場合は、その膜厚をも含む厚さである。

【００２２】

上記重合体による皮膜は感光体基体表面に均一な厚みで形成されているわけではなく、部分的に形成されているにすぎないため、不安定な未封孔部分を、完全に封孔させる必要があり、このため、得られた陽極酸化層はさらに封孔処理に供される。一般的には封孔処理することにより陽極酸化層の抵抗値が増加し、陽極酸化層の電荷注入防止層としての機能

（ブロッキング性）がさらに向上する。

【００２３】

封孔処理としては、所望により低温封孔剤として、例えば、フッ化ニッケル、赤血塩等を含有する２０～４５℃の水溶液中に上記複合アルマイト層を浸漬させることにより行われる低温封孔処理、または所望により高温封孔剤、例えば、酢酸ニッケル、酢酸コバルト、酢酸鉛、酢酸ニッケル－コバルト、酢酸バリウム等の金属塩を含有する６５℃以上の水溶液中に上記複合アルマイト層を浸漬させることにより行われる高温封孔処理等が挙げられる。

【００２４】

具体的には、低温封孔剤としてフッ化ニッケルを用いる場合、フッ化ニッケルを濃度２～７ｇ／ｌ、好ましくは濃度３～６ｇ／ｌで含む水溶液を、ｐＨ５．５～６．０、温度２５～４０℃、好ましくは２５～３５℃に調整し、これに上記複合アルマイト層を有する感光体基体を１～２０分間浸漬することにより行われる。温度が２５℃以下では水溶液の拡散が悪く、処理後の基体表面の封孔度が低下して、ブロッキング性が低下し、耐刷時にカブリが生じるおそれがある。一方、４０℃を越えると得られる感光体基体と、その上に形成される感光層との接着性が低下したり、封孔度がかえって低下し、ブロッキング性が低下して耐刷時にカブリを生じる。

【００２５】

低温封孔剤として赤血塩を用いる場合、赤血塩を濃度３～２０ｇ／ｌ、好ましくは５～１５ｇ／ｌで含む水溶液を、ｐＨ５．５～６．０、温度２５～４０℃、好ましくは２５～３０℃に調整し、これに上記複合アルマイト層を有する感光体基体を１～２０分間好ましくは５～１０分間浸漬することにより行われる。温度が２５℃以下では水溶液の拡散が悪く、処理後の基体表面の封孔度が低下して、ブロッキング性が低下し、耐刷時にカブリが生じるおそれがある。一方、４０℃を越えると得られる感光体基体と、その上に形成される感光層との接着性が低下したり、封孔度がかえって低下し、ブロッキングが低下して耐刷時にカブリを生じる。

【００２６】

また、低温封孔処理としては上記のように低温封孔剤を用いる場合の他、例えば、純水による蒸気封孔処理や加湿封孔処理を行ってもよい。蒸気封孔処理を行う場合には、３．０～６．０ｋｇ／ｃｍ^2 の水蒸気圧下、３０～４０℃で１０～３０分間放置することにより行われる。加湿封孔処理を行う場合、相対湿度８０％ＲＨ以上、温度３０～４０℃で１～１０日間放置することにより行われる。

【００２７】

高温封孔剤として酢酸ニッケルを用いる場合、酢酸ニッケルを濃度３～２０ｇ／ｌ、好ましくは４～１２ｇ／ｌで含む水溶液を、ｐＨ５．０～６．０、温度６５～１００℃、好ましくは８０～９８℃に調整し、これに上記複合アルマイト層を有する感光体基体を５～６０分間、好ましくは１０～４０分間浸漬することにより行われる。温度が６５℃以下では処理後の基体表面の封孔度が低下して、ブロッキング性が低下し、耐刷時にカブリが生じるおそれがある。高温封孔剤として酢酸ニッケル以外の酢酸コバルト、酢酸鉛、酢酸ニッケル－コバルト、酢酸バリウム等の金属塩を用いる場合も、酢酸ニッケルを用いる場合に準じて行われる。

【００２８】

高温封孔処理としては上記のように高温封孔剤を用いる場合の他、例えば、純水による熱水封孔処理または蒸気封孔処理等を行ってもよい。熱水封孔処理を行う場合、温度６５～１００℃、好ましくは９０～９８℃の熱水に１０～６０分間浸漬することにより行われる。蒸気封孔処理を行う場合には、３．０～６．０ｋｇ／ｃｍ^2 の水蒸気圧下、９５～９８℃で１０～３０分間、好ましくは１０～２０分間放置することにより行われる。

【００２９】

上記のようにして封孔処理された感光体基体上には、公知の方法により感光層が形成される。感光層としては電荷発生層および電荷輸送層を順次積層した形態、電荷輸送層および

電荷発生層を順次積層した形態、電荷輸送材料と電荷発生材料とを含む単層型の形態のいずれであってもよい。

【００３０】

以下、感光層として電荷発生層および電荷輸送層を順次積層した形態の感光体を製造する場合について説明する。

【００３１】

電荷発生層は、電荷発生材料を真空蒸着するか、あるいはアミン等の溶媒に溶解せしめて塗布するか、顔料を適当な溶剤もしくは必要があれば結着樹脂を溶解させた溶液中に分散させて作製した塗布液を塗布乾燥して電荷発生層を形成する。この上に、更に電荷輸送材料および結着樹脂を含む溶液を塗布乾燥して電荷輸送層を形成する。

【００３２】

本発明の感光体に用いられる電荷発生材料としては、例えばビスアゾ系顔料、トリアリールメタン系染料、チアジン系染料、オキサジン系染料、キサンテン系染料、シアニン系色素、スチリル系色素、ピリリウム系染料、アゾ系染料、キナクリドン系染料、インジゴ系顔料、ペリレン系顔料、多環キノン系顔料、ビスベンズイミダゾール系顔料、インダスロン系顔料、スクアリリウム系顔料、フタロシアニン系顔料等の有機物質が挙げられる。この他、光を吸収して極めて高い効率で電荷担体を発生する材料であれば、いずれの材料であっても使用することができる。

【００３３】

また、本発明の感光体に用いられる電荷輸送材料としては、有機物質が好ましく、例えばヒドラゾン化合物、ピラゾリン化合物、スチリル化合物、トリフェニルメタン化合物、オキサジアゾール化合物、カルバゾール化合物、スチルベン化合物、エナミン化合物、オキサゾール化合物、トリフェニルアミン化合物、テトラフェニルベンジジン化合物、アジン化合物等種々の材料を使用することができる。

【００３４】

上記のような感光体の製造に使用される結着樹脂は電気絶縁性であり、単独で測定して１×１０^{12}Ω・ｃｍ以上の体積抵抗を有することが望ましい。例えば、それ自体公知の熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、光硬化性樹脂、光導電性樹脂等の結着材を使用することができる。具体的には、ポリエステル樹脂、ポリアミド樹脂、アクリル樹脂、エチレン－酢酸ビニル樹脂、イオン架橋オレフィン共重合体（アイオノマー）、スチレン－ブタジエンブロック共重合体、ポリカーボネート、塩化ビニル－酢酸ビニル共重合体、セルロースエステル、ポリイミド、スチロール樹脂等の熱可塑性樹脂；エポキシ樹脂、ウレタン樹脂、シリコーン樹脂、フェノール樹脂、メラミン樹脂、キシレン樹脂、アルキッド樹脂、熱硬化アクリル樹脂等の熱硬化性樹脂；光硬化性樹脂；ポリビニルカルバゾール、ポリビニルピレン、ポリビニルアントラセン、ポリビニルピロール等の光導電性樹脂等が挙げられ、これらの結着樹脂は単独もしくは２種以上組み合わせて使用される。

なお、電荷輸送材料がそれ自身バインダーとして使用できる高分子電荷輸送材料である場合は、他の結着樹脂を使用しなくてもよい。

【００３５】

本発明の感光体は結着樹脂とともにハロゲン化パラフィン、ポリ塩化ビフェニル、ジメチルナフタレン、ジブチルフタレート、Ｏ－ターフェニルなどの可塑剤やクロラニル、テトラシアノエチレン、２，４，７－トリニトロフルオレノン、５，６－ジシアノベンゾキノン、テトラシアノキノジメタン、テトラクロル無水フタル酸、３，５－ジニトロ安息香酸等の電子吸引性増感剤、メチルバイオレット、ローダミンＢ、シアニン染料、ピリリウム塩、チアピリリウム塩等の増感剤を使用してもよい。

【００３６】

尚、本発明の感光体は、上述の封孔処理を施した陽極酸化層上に中間層を設けた構成であってもよい。中間層に用いられる材料としてはナイロン樹脂、ポリイミド樹脂、ポリアミド樹脂、ニトロセルロースポリビニルブチラール樹脂、ポリビニルアルコール樹脂等が適当である。膜厚は０．１～３０μｍ、好ましくは１～３０μｍ、より好ましくは１～２０

μｍとする。

【００３７】

さらに本発明の感光体は、上記感光層上に表面保護層を設けてもよい。表面保護層に用いられる材料としては、アクリル樹脂、ポリアリレート樹脂、ポリカーボネート樹脂、ウレタン樹脂などのポリマーをそのまま、または酸化スズや酸化インジウムなどの低抵抗化合物を分散させたものなどが適当である。また、表面保護層として有機プラズマ重合膜を使用することができる。有機プラズマ重合膜は必要に応じて適宜酸素、窒素、ハロゲン、周期律表の第３族、第５族原子を含んでいてもよい。

【００３８】

このようにして製造された感光体が組み込まれる装置としては特に規定されず、フルカラー、カラー、単色の複写機、プリンタ、リーダプリンタ等いずれであってもよい。また感光体の形状も特に限定されず、円筒状、ベルト状、板状等が例示される。尚、本発明においては円筒状支持体上に電荷発生層と電荷輸送層とを積層した積層型感光体を反転現像方式の電子写真装置に組みこんで使用する場合に特に効果がある。

本発明を以下の実施例によりさらに詳しく説明する。

【００３９】

【実施例】

実施例１

ＪＩＳ５６５７円筒状アルミニウム合金（外径１００ｍｍ、長さ３５０ｍｍ、厚さ１ｍｍ）の表面を、切り刃に天然ダイヤモンドを用いたバイトで切削加工した。これを脱脂剤（界面活性剤）を用いて６０±５℃で５分間脱脂処理を行い、流水で洗浄した。次いで濃度１００ｇ／ｌの硝酸により２分間エッチング処理した後、純水で流水洗浄した。

【００４０】

次に、以下の組成比を有する電解液を用いて、電解電圧２５Ｖ、電流密度１Ａ／ｄｍ^2、液温２℃で２０分間陽極酸化処理を行い、厚さ２０μｍの複合アルマイト層を形成した。

（電解液中におけるそれぞれ含有物の濃度）

・硫酸	１８０ｇ／ｌ
・アクリル系組成物	１０ｇ／ｌ
ヒドロキシプロピルメタクリレート	７０重量部
（ライトエステルＨＯＰ；共栄社油脂化学社製）	
ネオペンチルグリコールジメタクリレート	１０重量部
（ＮＫエステルＮＰＧ；新中村化学社製）	
ポリエチレングリコールモノメタクリレート	１８重量部
（ＰＥ－２００；日本油脂社製）	
トリエチレングリコールジメタクリレート	１重量部
（ライトエステル３ＥＧ；共栄社油脂化学社製）	
ｔ－ブチルヒドロペルオキシド	１重量部
（パーブチルＨ；日本油脂社製）	
ジメチルアニリン	０．３重量部
（東京化成工業社製）	
ｐ－メトキシフェノール	０．０４重量部
（東京化成工業社製）	
・溶存アルミニウム	５ｇ／ｌ
・水	残部

【００４１】

これを純水で流水洗浄した後、酢酸ニッケルを生成分とする封孔剤（ＤＸ－５００；奥野製薬工業社製）水溶液（濃度７ｇ／ｌ）を用いて、９５℃で３５分間封孔処理を行い、純水洗浄後、乾燥させ、感光体基体を得た。

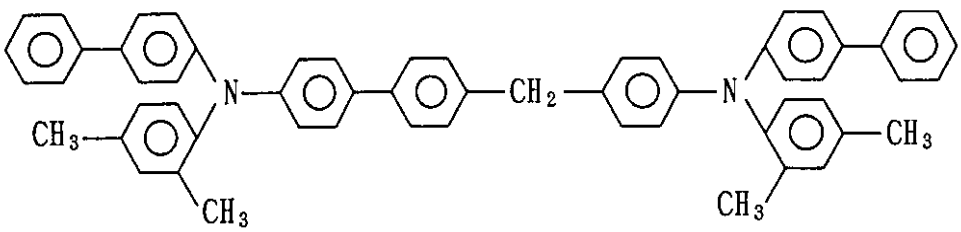
【００４２】

一方、τ型金属フタロシアニン（東洋インキ製造社製）１重量部とポリビニルブチラール樹脂（エスレックＢＸ－１、積水化学社製）０．５重量部とをテトラヒドロフラン（ＴＨＦ）５０重量部と共にサンドミルにより分散させた。得られたフタロシアニン系の分散液を上記感光体基体に、乾燥後の膜厚が０．３μｍとなるように塗布し電荷発生層を形成した。

【００４３】

下記式：

【化５】



で表されるトリフェニルアミン化合物１０重量部とポリカーボネート樹脂（パンライトＫ

－１３００、帝人化成社製）１０重量部とをジクロルメタン１８０重量部に分散させてなる塗布液を上記電荷発生層上に塗布乾燥させて、膜厚２４μｍの電荷輸送層を形成し、電子写真感光体を作製した。

【００４４】

実施例２

封孔処理工程において封孔剤としてフッ化ニッケルを主成分とする封孔剤（ＣＳ－Ｎ；クラリアント社製）を用い、これの水溶液（濃度５ｇ／ｌ）を用いて２５℃で１０分間封孔処理を行ったこと以外、実施例１と同様にして、電子写真感光体を作製した。

【００４５】

実施例３

陽極酸化処理を３０分間行い、厚さ３０μｍの複合アルマイト層を形成したこと、および封孔処理工程において封孔剤として金属を含まない封孔剤（リオゲンＷＬ；クラリアント社製）を用い、これの水溶液（濃度０.３ｇ／ｌ）を用いて９５℃で５０分間封孔処理を行ったこと以外、実施例１と同様にして、電子写真感光体を作製した。

【００４６】

実施例４

円筒状アルミニウム合金としてＪＩＳ６０６３を用いたこと、陽極酸化処理を５０分間行い、厚さ５０μｍの複合アルマイト層を形成したこと、および封孔処理工程において封孔剤として金属を含まない封孔剤（ＳＨ－Ｎ；クラリアント社製）を用い、これの水溶液（濃度３ｇ／ｌ）を用いて８０℃で５０分間封孔処理を行ったこと以外、実施例１と同様にして、電子写真感光体を作製した。

【００４７】

比較例１

電解液中にアクリル系組成物を含ませなかったこと以外、実施例１と同様にして、電子写真感光体を作成した。

【００４８】

比較例２

封孔処理を行わなかったこと以外、実施例１と同様にして、電子写真感光体を作成した。

【００４９】

比較例３

陽極酸化処理を６０分間行い、厚さ６０μｍの複合アルマイト層を形成したこと以外、実施例１と同様にしたが、複合アルマイト層上にクラックが発生したため電子写真感光体の作製を中止した。

【００５０】

（黒ポチ評価）

上記の実施例および比較例で得られた電子写真感光体をそれぞれフルカラー複写機（ＣＦ９００；ミノルタ社製）に搭載し、この複写機の４つの現像器全てに純製の黒色トナーを補給し、黒色トナーによる４回重ねにより白ベタ画像を複写し、初期および１０００枚複写後における画像２５mm^2中の黒ポチ（黒斑点）の個数を目視によりカウントし、以下に従って評価した。なお、上記複写は低温低湿（１０℃、１５％ＲＨ）、中温中湿（２３℃、４５％ＲＨ）および高温高湿（３０℃、８５％ＲＨ）それぞれの環境下において行い、全ての場合について評価した。

○：１４個以下；

△：１５～２９個；

×：３０個以上。

【００５１】

この評価結果を以下の表１に示す。

【表１】

	評価					
	10℃、15%RH		23℃、45%RH		30℃、85%RH	
	初期	1000枚後	初期	1000枚後	初期	1000枚後
実施例1	○	○	○	○	○	○
実施例2	○	△	○	○	○	△
実施例3	○	○	○	○	○	○
実施例4	○	○	○	○	○	○
比較例1	△	△	△	△	△	×
比較例2	△	×	△	×	△	×
比較例3	−	−	−	−	−	−

＊ 比較例3では、複合アルマイト層上にクラックが発生したため、感光体の作製を中止した。

【００５２】
これらの結果から、陽極酸化処理を、アクリル系組成物を含む電解液中において行った後、封孔処理を行って得られた感光体基体に感光層を形成した感光体を用いると、黒ポチ等の画像ノイズのない優れた画像を提供できることが明らかになった。また、このようにして得られた本発明の感光体は、いかなる環境下でも黒ポチ等のない優れた画像を提供できることが明らかになった。

【００５３】
【発明の効果】
本発明により、いかなる環境下においても黒ポチ等の画像ノイズを発生しない電子写真感光体を提供することが可能となった。また、本発明の感光体は耐久性にも優れている。

フロントページの続き

審査官　磯貝　香苗

(56)参考文献　特開平０１－１１４８５４（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.[7]，ＤＢ名)
G03G 5/14 101