

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6431805号
(P6431805)

(45) 発行日 平成30年11月28日(2018.11.28)

(24) 登録日 平成30年11月9日(2018.11.9)

(51) Int.Cl.

F 1

G 03 G 15/20 (2006.01)
F 16 C 13/00 (2006.01)G 03 G 15/20
F 16 C 13/005 1 5
A

請求項の数 9 (全 22 頁)

(21) 出願番号 特願2015-72143 (P2015-72143)
 (22) 出願日 平成27年3月31日 (2015.3.31)
 (65) 公開番号 特開2016-191842 (P2016-191842A)
 (43) 公開日 平成28年11月10日 (2016.11.10)
 審査請求日 平成29年12月5日 (2017.12.5)

(73) 特許権者 000219602
 住友理工株式会社
 愛知県小牧市東三丁目1番地
 (74) 代理人 110000648
 特許業務法人あいち国際特許事務所
 (72) 発明者 丸山 勇
 愛知県小牧市東三丁目1番地 住友理工株
 式会社内
 (72) 発明者 仲市 真吾
 愛知県小牧市東三丁目1番地 住友理工株
 式会社内
 (72) 発明者 飯沼 玲奈
 愛知県小牧市東三丁目1番地 住友理工株
 式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 加熱部材およびその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

被加熱体を加熱するための加熱部材であって、
 基層用ポリマーにより形成された基層と、
上記基層上に形成された第1金属めっき層と、
上記基層と上記第1金属めっき層との間に形成された下地層と、を有しており、
上記下地層は、バインダーポリマーと、Pdナノ粒子の凝集体より構成される触媒と、
を含んでおり、
 上記第1金属めっき層は、柱状の結晶構造を有することを特徴とする加熱部材。

【請求項 2】

上記バインダーポリマーは、ポリアミドイミドであることを特徴とする請求項1に記載の加熱部材。

【請求項 3】

上記基層用ポリマーおよび上記バインダーポリマーは、いずれもポリアミドイミドであることを特徴とする請求項1に記載の加熱部材。

【請求項 4】

上記基層用ポリマーとしてのポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率、上記バインダーポリマーとしてのポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率が、いずれも1.04以上であることを特徴とする請求項3に記載の加熱部材。

【請求項 5】

10

20

上記第1金属めっき層を形成する金属は、NiまたはNi合金であることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載の加熱部材。

【請求項6】

上記第1金属めっき層上に形成された第2金属めっき層を有していることを特徴とする請求項1～5のいずれか1項に記載の加熱部材。

【請求項7】

上記第2金属めっき層上に、ゴム弾性層を有することを特徴とする請求項6に記載の加熱部材。

【請求項8】

電子写真方式の画像形成装置における定着部材として用いられることを特徴とする請求項1～7のいずれか1項に記載の加熱部材。 10

【請求項9】

請求項1に記載の加熱部材の製造方法であって、

上記第1金属めっき層を形成するための金属成分と、アミン化合物と、を含む無電解金属めっき液を用いて無電解金属めっきを実施することにより、上記第1金属めっき層を形成する工程を有することを特徴とする加熱部材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、加熱部材およびその製造方法に関する。 20

【背景技術】

【0002】

従来、様々な分野において、被加熱体を加熱するために加熱部材が利用されている。例えば、電子写真方式の複写機、プリンター、複合機等の画像形成装置は、一般に、帯電させた感光体への画像データの露光による潜像の形成、現像、転写媒体への転写、定着等の工程を経て画像形成を行う。定着工程では、転写材（紙）に転写されたトナーを加熱により溶融固着させて画像を形成するため、ベルト形状またはロール形状を呈する加熱部材が定着部材として用いられている。

【0003】

電子写真方式の画像形成装置の分野では、近年、電磁誘導加熱（以下、IHと省略する場合がある。）方式の加熱部材が注目を浴びている。IH方式の加熱部材は、ウォームアップ時間の短縮による消費電力の削減に有利なためである。この種の加熱部材は、電磁誘導加熱により誘導電流が生じる金属層を有しており、金属層を発熱層として利用する。金属層としては、金属めっき層が知られている。 30

【0004】

先行する特許文献1には、基層と、めっき下地層と、金属めっき層とを有する加熱部材が開示されている。同文献では、Pd担持カーボンを含むめっき下地層の表面に、無電解ニッケルめっき液（奥野製薬工業社製、「TMP化学ニッケルHRT」）を用いて、金属めっき層を形成する点が記載されている。

【先行技術文献】

40

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】特開2013-210406号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

しかしながら、特許文献1に開示される加熱部材は、金属めっき層の結晶構造が層状となる。そのため、金属めっき層の屈曲に対する韌性に乏しい。そのため、特許文献1の加熱部材は、繰り返し曲げ負荷が加えられた際に、基層の変形に対して金属めっき層が十分に追従することができず、金属めっき層が剥離する。そのため、特許文献1の加熱部材は 50

、繰り返し曲げ負荷による屈曲耐久性が悪い。それ故、特許文献1の加熱部材は、屈曲耐久性の向上に未だ改善の余地がある。

【0007】

本発明は、上記背景に鑑みてなされたものであり、繰り返し曲げ負荷による屈曲耐久性を向上させることができ可能な加熱部材を提供しようとするものである。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明の一態様は、被加熱体を加熱するための加熱部材であって、
基層用ポリマーにより形成された基層と、
上記基層上に形成された第1金属めっき層と、 10
上記基層と上記第1金属めっき層との間に形成された下地層と、 を有しており、
上記下地層は、バインダーポリマーと、Pdナノ粒子の凝集体より構成される触媒と、
を含んでおり、
上記第1金属めっき層は、柱状の結晶構造を有することを特徴とする加熱部材にある。

【0009】

本発明の他の態様は、上記加熱部材の製造方法であって、
上記第1金属めっき層を形成するための金属成分と、アミン化合物と、を含む無電解金属めっき液を用いて無電解金属めっきを実施することにより、上記第1金属めっき層を形成する工程を有していることを特徴とする加熱部材の製造方法にある。

【発明の効果】

【0010】

上記加熱部材において、第1金属めっき層は、柱状の結晶構造を有している。そのため、第1金属めっき層の屈曲に対する韌性が向上する。そのため、上記加熱部材に繰り返し曲げ負荷が加えられた際に、基層の変形に対して第1金属めっき層が十分追従することが可能となり、第1金属めっき層が剥離し難くなる。それ故、上記加熱部材は、繰り返し曲げ負荷による屈曲耐久性を向上させることができる。

【0011】

上記加熱部材の製造方法は、第1金属めっき層を形成するための金属成分と、アミン化合物と、を含む無電解金属めっき液を用いて無電解金属めっきを実施することにより、第1金属めっき層を形成する工程を有している。当該工程によれば、柱状の結晶構造を有する第1金属めっき層が形成される。それ故、上記加熱部材の製造方法は、上記加熱部材を好適に製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【0012】

【図1】実施例1の加熱部材を模式的に示した外観斜視図である。

【図2】図1のII-II断面図である。

【図3】図2の一部を拡大し、積層構造を模式的に示した説明図である。

【図4】第1金属めっき層の微構造を模式的に示した説明図である。

【図5】参考例の加熱部材における積層構造を模式的に示した説明図である。

【図6】実験例で作製された試料1の加熱部材における第1金属めっき層の走査型電子顕微鏡写真である。 40

【図7】実験例で作製された試料1Cの加熱部材における第1金属めっき層の走査型電子顕微鏡写真である。

【図8】実験例における、耐熱性評価およびIH昇温性評価で用いた評価装置の概要を模式的に示した説明図である。

【発明を実施するための形態】

【0013】

上記加熱部材は、被加熱体を加熱するために使用される。被加熱体の種類は特に限定されるものではない。被加熱体としては、具体的には、例えば、用紙等の転写材に転写された未定着のトナー、容器、容器や配管等の内部にある気体、液体、固体、プレート等の板 50

状体、フィルムなどを例示することができる。加熱部材は、被加熱体と接触させて用いることもできるし、被加熱体と接触させずに用いることもできる。

【0014】

上記加熱部材は、その表面を他部材に圧接させた状態で使用することができる。この場合、例えば、加熱部材と他部材との圧接部に被加熱体を通過させながら被加熱体を加熱することができる。また、他部材を被加熱体とすることもできる。特に、加熱部材と他部材とが圧接した状態で加熱部材が回転するように構成されている場合には、圧接部において繰り返し曲げ負荷を受ける。そのため、この場合には、上記作用効果を十分に発揮させることができる。

【0015】

上記加熱部材において、基層は、例えば、筒状に形成することができる。この場合には、加熱部材がベルト形状を呈することができ、加熱ベルトとして好適に利用することができる。また、加熱部材を比較的薄くすることができるので、IH昇温性の向上にも有利である。他にも例えば、基層は、軸体の外周にロール状に形成することもできる。この場合には、加熱部材がロール形状を呈することができ、加熱ロールとして好適に利用することができる。基層は、1層または2層以上から構成することができる。

【0016】

基層が筒状である場合、基層に用いられる基層用ポリマーとしては、例えば、ポリアミドイミド、ポリイミド、ポリエーテルスルホン樹脂、フッ素樹脂、ポリカーボネート樹脂などを例示することができる。これらは1種または2種以上併用することができる。また、これらは変性されていてもよい。また、これらにはポリシロキサン化合物等がブレンドされていてもよい。

【0017】

なお、筒状の基層中には、難燃剤、充填剤、レベリング剤、消泡剤などの添加剤を1種または2種以上含むことができる。また、筒状の基層の厚みは、耐久性の向上、製造容易性などの観点から、好ましくは20～200μm、より好ましくは40～150μm、さらに好ましくは60～100μmとすることができる。

【0018】

一方、基層がロール状である場合、基層に用いられる基層用ポリマーとしては、樹脂やゴム（ゴムにはエラストマーも含まれる、以下省略）を用いることができる。樹脂としては、例えば、ポリアミドイミド、ポリアミド、ポリイミド、ウレタン樹脂、ウレタンシリコーン樹脂、（メタ）アクリル樹脂、（メタ）アクリルシリコーン樹脂、フッ素樹脂などを用いることができる。ゴムとしては、例えば、シリコーンゴム（Q）、アクリロニトリル・ブタジエンゴム（NBR）、ブタジエンゴム（BR）、ステレン・ブタジエンゴム（SBR）、ブチルゴム（IR）、クロロブレンゴム（CR）、ヒドリンゴム（ECO、CO）、イソブレンゴム（IR）、ウレタンゴム（U）、エチレン・プロピレン・ジエンゴム（EPDM）、天然ゴム（NR）などを例示することができる。これらは1種または2種以上併用することができる。

【0019】

なお、ロール状の基層中には、難燃剤、充填剤、架橋剤、架橋助剤、滑剤、可塑剤、軟化剤、酸化防止剤などの添加剤を1種または2種以上含むことができる。ロール状の基層の厚みは、接地性、コストなどの観点から、好ましくは0.5～3mm、より好ましくは1～1.5mmとすることができる。

【0020】

上記加熱部材は、基層と第1金属めっき層との間に下地層を有する。下地層は、バインダーポリマーと、触媒とを含む。なお、バインダーポリマーは、主に、触媒を分散した状態で保持し、下地層を形づくる役割を有している。

【0021】

この構成によれば、基層と下地層との間は、基層用ポリマーとバインダーポリマー、つまり、ポリマー同士の密着になる。そのため、この構成によれば、基層に対する第1金属

めっき層の密着性を向上させやすくなる。また、煩雑なめっき前処理工程を基層に対して実施することなく、無電解金属めっきにより第1金属めっき層を形成することができる。そのため、製造性に優れた加熱部材が得られる。

【0022】

バインダーポリマーとしては、基層用ポリマーの説明にて上述した各種の樹脂やゴムなどを用いることができる。

【0023】

上記加熱部材において、基層用ポリマーおよびバインダーポリマーは、同種のポリマーであるとよい。この場合には、基層と下地層との親和性が高まり、基層と下地層との間の密着性を向上させやすくなる。なお、上記「同種」とは、ポリマー同士が全く同一である場合だけでなく、ポリマー同士が基本骨格を同じくする場合を含む意味である。したがって、例えば、ある種類の樹脂（ポリアミドイミド等）に分類される各種樹脂は、それぞれ同種のポリマーであるといえる。ある種類のゴム（シリコーンゴム等）に分類される各種ゴムは、それぞれ同種ポリマーであるといえる。また、未変性ポリマーと変性ポリマー同士、分子量が異なるポリマー同士、重合単位が共通であるポリマー同士等も、同種のポリマーの概念に含まれる。

10

【0024】

基層用ポリマーおよびバインダーポリマーは、より具体的には、いずれもポリアミドイミドとすることができます。この場合には、同種ポリマーであるポリアミドイミド同士が接するため、基層に対する第1金属めっき層の密着性を一層向上させやすくなる。

20

【0025】

この際、基層用ポリマーとしてのポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率、バインダーポリマーとしてのポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率は、いずれも1.04以上とすることができます。この場合には、加熱された状態で繰り返し曲げ負荷が加えられた場合でも、屈曲耐久性を確保することができるため、加熱部材の耐熱性向上に有利である。

【0026】

基層用ポリマーとしてのポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率、バインダーポリマーとしてのポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率は、いずれも、好ましくは1.05以上、より好ましく1.06以上、さらに好ましくは1.08以上、さらにより好ましくは1.10以上とすることができます。また、基層用ポリマーとしてのポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率、バインダーポリマーとしてのポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率は、ポリアミドイミド合成時の粘度制御性、ポリアミドイミドの韌性等の観点から、いずれも、好ましくは1.70以下、より好ましくは1.50以下、さらに好ましくは1.35以下、さらにより好ましくは1.25以下とすることができます。上記ポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率は、ポリアミドイミドの組成に基づき、下記(1)にて計算することができます。なお、ポリアミドイミドは、例えば、ジフェニルメタンジイソシアネート(MDI)、トリジンジイソシアネート(TODI)等の芳香族イソシアネート化合物と、トリメリット酸無水物(無水トリメリット酸、TMA)、3,3',4,4'-ビフェニルテトラカルボン酸二無水物(BPDA)、3,3',4,4'-ベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物(BTDA)、4,4'-オキシジフタル酸無水物(ODPA)、3,3',4,4'-ジフェニルスルホンテトラカルボン酸二無水物(DSDA)、ピロメリット酸無水物(PMDA)等の芳香族系多価カルボン酸の無水物と、N-メチル-2-ピロリドン(NMP)等のNを含有する含窒素系有機溶媒とを含む配合材料から形成することができる。

30

(1) ポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率

$$= 1 + B \times 2 / A$$

但し、A：カルボン酸1個かつ酸無水物1個を有するモノマー(TMA等)のmol量(mol)

40

50

B : 酸無水物を2個有するモノマー(P M D A 等)のmol量(mol)

【0027】

上記加熱部材において、下地層の触媒は、第1金属めっき層の密着性をより一層向上させやすくなる観点から、Pdナノ粒子の凝集体より構成される。これは以下の理由によるものと推察される。

【0028】

下地層の触媒がPdナノ粒子の凝集体である場合には、Pdと無電解金属めっきとが金属結合により結合される。また、凝集体の内部に無電解金属めっき液が浸透し、下地層の凝集体の内部でも第1金属めっき層を形成する無電解金属めっきが析出する。そのため、この場合には、Pdと無電解金属めっきとの間の金属結合のみならず、凝集体の内部で析出した無電解金属めっきがアンカーとなり、下地層と第1金属めっき層との間のアンカー効果が高まると考えられる。その結果、第1金属めっき層の密着性をより一層向上させやすくなるものと考えられる。また、この場合には、上述のように無電解金属めっきが析出するため、めっき反応性も良好になりやすい。Pdナノ粒子の凝集体は、親水性の分散剤を含んでいるとよい。凝集体の内部に無電解金属めっき液が浸透しやすくなり、上記作用効果を得やすくなるからである。

【0029】

一方、下地層の触媒が、担体表面にPdを担持するPd担持担体である場合には、Pdと無電解金属めっきとが金属結合により結合される。また、担体はバインダーに固定される。そのため、この場合には、Pdと無電解金属めっきとの間の金属結合のみならず、バインダーに固定された担体がアンカーとなり、触媒がPdナノ粒子の凝集体である場合ほどではないものの、下地層と第1金属めっき層との間にアンカー効果が生じる。それ故、この場合には、第1金属めっき層の密着性を向上させやすい。

【0030】

上記の理由により、下地層の触媒がPdナノ粒子の凝集体である場合には、下地層の触媒がPd担持担体である場合に比べ、第1金属めっき層の密着性向上に有利である。他にも、下地層の触媒がPdナノ粒子の凝集体である場合には、下地層の触媒がPd担持担体である場合に比べ、第1金属めっき層のめっき反応性が向上し、下地層の表面全体に第1金属めっき層を析出させやすくなる。それ故、下地層の触媒がPdナノ粒子の凝集体である場合には、均一な第1金属めっき層の形成に有利である。

【0031】

Pdナノ粒子の凝集体において、Pdナノ粒子は、ナノサイズの粒子である。Pdナノ粒子の粒径(1次粒径)は、めっき反応性、塗料分散性等の観点から、好ましくは1nm~40nm、より好ましくは2nm~30nm、さらに好ましくは3nm~20nmとすることができる。また、凝集体の粒径(2次粒径)は、めっき反応性、塗料分散性等の観点から、好ましくは10nm~300nm、より好ましくは20nm~200nm、さらに好ましくは30nm~100nmとすることができる。なお、上記各粒径は、いずれも透過型電子顕微鏡像より求めた平均値である。

【0035】

上記加熱部材において、下地層の表面には、触媒を露出させることが好ましい。この場合、具体的には、下地層の表面に、Pdナノ粒子の凝集体の一部が露出しておればよい。

【0036】

上記加熱部材において、下地層の厚みは、下地層の形成性、基層および第1金属めっき層との密着性確保、下地層表面への凝集体の露出容易性、材料コストの低減等の観点から、好ましくは、0.1μm~10μm、より好ましくは、0.2μm~5μm、さらに好ましくは、0.3μm~2μmとすることができます。

【0037】

上記加熱部材において、第1金属めっき層は、単体または後述する第2金属めっき層とともに、電磁誘導加熱によって発熱する発熱層として機能させることができるものである。また、第1金属めっき層は、後述する第2金属めっき層を電解金属めっきにより積層する

10

20

30

40

50

際の電極として機能させることも可能な層である。第1金属めっき層は、下地層上に積層されている。具体的には、第1金属めっき層は、下地層の外周面に沿って形成することができる。第1金属めっき層は、無電解金属めっきにより形成することができる。

【0038】

第1金属めっき層を形成する金属は、具体的には、NiまたはNi合金より構成されているとよい。この場合には、Pdに対する触媒活性が高く、下地層との密着性向上に有利である。なお、NiまたはNi合金は、Cu等の金属に比べ、硬い金属である。しかしながら、上記加熱部材では、第1金属めっき層は、柱状の結晶構造とされる。そのため、第1金属めっき層がNiまたはNi合金よりなる場合でも、第1金属めっき層の屈曲に対する韌性を向上させることができる。そのため、上記作用効果を十分に発揮させることができる。なお、NiまたはNi合金は、P、B等の元素を1種または2種以上含有することが可能である。

10

【0039】

第1金属めっき層の厚みは、下地層との密着性を確実なものとする、後述する第2金属めっき層を電解金属めっきにより形成する際に電極として機能させやすいなどの観点から、好ましくは0.1μm以上とすることができます。第1金属めっき層の厚みは、より好ましくは0.2μm以上、さらに好ましくは0.3μm以上とすることができます。一方、第1金属めっき層の厚みは、後述する第2金属めっき層を積層する場合には、加熱部材の変形時における割れ抑制、層形成時間の短縮などの観点から、好ましくは2μm以下とすることができます。第1金属めっき層の厚みは、より好ましくは1μm以下、さらに好ましくは0.5μm以下とすることができます。なお、第1金属めっき層の厚みは、後述する第2金属めっき層を積層しない場合は、好ましくは30μm以下、より好ましくは25μm以下、さらに好ましくは20μm以下とすることができます。

20

【0040】

上記加熱部材は、第1金属めっき層上に形成された第2金属めっき層を有する構成とすることができる。第2金属めっき層は、主に、電磁誘導加熱によって発熱する発熱層として機能させることができるものである。第2金属めっき層は、1層または2層以上から構成することができる。第2金属めっき層は、電解金属めっきまたは無電解金属めっきにより形成することができる。

30

【0041】

この場合には、第1金属めっき層を形成する金属と異なる金属種を選択したり、第1金属めっき層と異なる厚みを選択したりしやすくなる。そのため、加熱部材における金属めっき層の構成の自由度が向上する。それ故、例えば、第1金属めっき層よりも低電気抵抗な金属を選択すること等により、電磁誘導加熱により加熱部材を発熱させやすくなるなどの利点がある。また、第1金属めっき層の厚みよりも第2金属めっき層の厚みを厚く形成すること等により、電磁誘導加熱により加熱部材を発熱させやすくなるなどの利点がある。なお、第1金属めっき層と第2金属めっき層との間は、めっき層同士の密着になるので、良好な密着性を確保することができる。

【0042】

第2金属めっき層を形成する金属としては、例えば、Cu、Ni、Ag、Au、Sn、Znおよびこれらの合金などを例示することができます。第2金属めっき層を形成する金属としては、具体的には、例えば、電磁誘導加熱による昇温性が良好である等の観点から、Cu、Ni、Ag、およびこれらの合金から選択される1種または2種以上とすることができます。。特に好ましくは、CuおよびCu合金であるとよい。電磁誘導加熱による昇温性、加熱部材の柔軟性向上、経済性に優れるなどの利点があるからである。

40

【0043】

第2金属めっき層の厚みは、発熱層としての機能を確保しやすくするなどの観点から、好ましくは3μm以上、より好ましくは5μm以上、さらに好ましくは10μm以上、さらにより好ましくは15μm以上、さらにより一層好ましくは15μm超とすることができます。一方、第2金属めっき層の厚みは、柔軟性、短時間での発熱性、層形成時間の短縮

50

などの観点から、好ましくは $30 \mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $28 \mu\text{m}$ 以下、さらに好ましくは $25 \mu\text{m}$ 以下とすることができます。

【0044】

上記加熱部材は、第2金属めっき層上に、ゴム弾性層を有する構成とすることができる。また、他にも、上記加熱部材は、第1金属めっき層上に、ゴム弾性層を有する構成とすることもできる。この場合には、加熱部材を他部材と圧接した状態で用いる場合に、均一な加圧を行うことが可能となる。なお、各金属めっき層とゴム弾性層との間には、必要に応じて、プライマー層を介在させてもよい。

【0045】

ゴム弾性層は、具体的には、各種のゴムを含むゴム組成物より形成することができる。
ゴム弾性層に用いられるゴムとしては、例えば、シリコーンゴム、フッ素ゴムなどを例示することができる。これらは1種または2種以上併用することができる。

【0046】

ゴム弾性層は、ゴム以外にも、熱伝導性粒子等の熱伝導材料、導電剤、難燃剤、滑剤、可塑剤、軟化剤、充填剤、架橋剤、架橋助剤、老化防止剤などの添加剤を1種または2種以上含むことができる。なお、熱伝導材料としては、例えば、酸化マグネシウム、アルミニナ、窒化ホウ素、窒化アルミニウム、グラファイト、カーボンブラック、結晶性シリカ、炭化ケイ素、水酸化アルミニウムなどを例示することができる。

【0047】

ゴム弾性層の厚みは、加熱部材表面への柔軟性の付与、被加熱体や他部材との接地性向上などの観点から、好ましくは $100 \mu\text{m}$ 以上、より好ましくは $150 \mu\text{m}$ 以上、さらに好ましくは $200 \mu\text{m}$ 以上とすることができます。一方、ゴム弾性層の厚みは、薄肉化によるIH昇温性の向上、熱伝導性の向上などの観点から、好ましくは $500 \mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $400 \mu\text{m}$ 以下、さらに好ましくは $300 \mu\text{m}$ 以下とすることができます。

【0048】

ゴム弾性層の熱伝導率は、例えば、 $0.3 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上とすることができます。ゴム弾性層による熱損失を少なくし、被加熱体の加熱を効率良く行うことができるからである。ゴム弾性層の熱伝導率は、好ましくは $0.5 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上とすることができます。ゴム弾性層の熱伝導率は高いほど良いが、柔軟性、コスト等の観点から、例えば、 $3 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以下とすることができます。なお、ゴム弾性層の熱伝導率は、熱伝導率測定装置（英弘精機者製、「H C - 110」）により測定することができます。

【0049】

上記加熱部材は、第2金属めっき層上に、表層を有する構成とすることができます。

【0050】

この場合には、加熱部材の表面に付着したトナー等の粉体が離れやすくなるため、画像形成装置の定着部材として好適に用いることができる。

【0051】

表層に用いられる主材料としては、例えば、トナー等の粉体の離れ性向上などの観点から、ポリフルオロエチレン、ポリテトラフルオロエチレン、テトラフルオロエチレン・パーカーフルオロアルコキビニルエーテル共重合体（PFA）等のフッ素系樹脂、フッ素ゴムなどを例示することができます。これらは1種または2種以上併用することができます。また、表層中には、難燃剤、充填剤、架橋剤、架橋助剤、滑剤、可塑剤、軟化剤、酸化防止剤などの添加剤が1種または2種以上含まれていてもよい。

【0052】

表層の厚みは、耐久性などの観点から、好ましくは $5 \mu\text{m}$ 以上、より好ましくは $10 \mu\text{m}$ 以上とすることができます。一方、表層の厚みは、表層より下の層に対する追従性、熱伝導性向上、コストなどの観点から、好ましくは $80 \mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $50 \mu\text{m}$ 以下とすることができます。

【0053】

上記加熱部材は、表層を形成することなく、ゴム弾性層の表面が表面処理により表面改

10

20

30

40

50

質されていてもよい。具体的には、ゴム弾性層表面を表面処理液にて表面処理することにより、ゴム弾性層の表面にF原子および/またはC1原子等を導入することができる。また、ゴム弾性層表面に紫外線照射処理等の光照射処理を施すことにより、ゴム弾性層表面を内部よりも硬くする(摩擦係数を低下させる)ことができる。この場合にも、加熱部材の表面に付着したトナー等の粉体が離れやすくなるため、画像形成装置の定着部材として好適に用いることができる。

【0054】

上記加熱部材は、種々の被加熱体を加熱するために用いることができる。上記加熱部材の第1金属めっき層、あるいは、第1金属層および第2金属めっき層を、電磁誘導加熱によって発熱する発熱層とした場合には、IH昇温性に優れるので、必要なときに被加熱体を速やかに加熱することができる。そのため、上記加熱部材を用いた装置の省エネ化を促進しやすくなる。10

【0055】

上記加熱部材は、具体的には、例えば、電子写真方式の画像形成装置における定着部材として用いることができる。

【0056】

この場合には、繰り返し曲げ負荷による屈曲耐久性が向上された定着部材が得られる。

【0057】

電子写真方式の画像形成装置としては、例えば、帯電像を用いる電子写真方式の複写機、プリンター、ファクシミリ、複合機、オンドマンド印刷機等を例示することができる。20

【0058】

上記加熱部材の製造方法は、第1金属めっき層を形成するための金属成分と、アミン化合物と、を含む無電解金属めっき液を用いて無電解金属めっきを実施することにより、第1金属めっき層を形成する工程を有している。

【0059】

アミン化合物は、錯化剤として機能する。アミン化合物として、例えば、グリシン、アラニン、エチレンジアミン、プロパンジアミンなどを例示することができる。これらは1種または2種以上併用することができる。なお、上記無電解金属めっき液は、例えば、公知の無電解金属めっき液にアミン化合物を添加することによって調製することができる。無電解金属めっき液におけるアミン化合物の含有量は、例えば、1~50g/L程度とすることができる。30

【0060】

上記加熱部材の製造方法は、より具体的には、次のように実施することができる。基層ポリマーより基層を形成する。基層上に、バインダーと触媒とを含む下地層形成用材料より下地層を形成する。下地層形成用材料は、例えば、刷毛塗り法、ディップコート法、ロールコート法、スプレーコート法等の各種のコーティング法により、基層上に層状に塗布すればよい。また、バインダーポリマーの材質に応じて、基層上に塗布された下地層形成用材料を熱処理して下地層を形成することができる。また、必要に応じて、下地層の表面をエッティングしたり、研磨したりすること等により、下地層表面のバインダーを一部除去して触媒を露出させることができる。なお、基材上に下地層形成用材料をナノメートルオーダーで塗工することによって触媒を露出させやすくすることもできる。この場合には、エッティングや研磨等を省略することができる。上述した成分を有する無電解金属めっき液にて下地層表面に無電解金属めっきを施し、第1金属めっき層を形成する。その後は、必要に応じて、第1金属めっき層上に、電解金属めっき液にて電解金属めっきを施し、第2金属めっき層を形成する。また、必要に応じて、第2金属めっき層上に、ゴム弾性層を形成する。また、必要に応じて、ゴム弾性層上に、表層を形成する。以上により、上記加熱部材を好適に製造することができる。また、上記加熱部材の製造方法において、下地層を省略し、基層表面にPd触媒を付与し、Pdを存在させた後、Pdを表面に有する基層表面に、上述した成分を有する無電解金属めっき液にて無電解金属めっきを施し、第1金属めっき層を形成することも可能である。4050

【0061】

なお、上述した各構成は、上述した各作用効果等を得るなどのために必要に応じて任意に組み合わせることができる。

【実施例】**【0062】**

実施例に係る加熱部材およびその製造方法について、図面を用いて具体的に説明する。

【0063】**(実施例1)**

図1～図4に示されるように、本例の加熱部材1は、基層用ポリマーより形成された基層2と、基層2上に形成された第1金属めっき層4とを有している。第1金属めっき層4は、柱状の結晶構造40を有している。以下、詳説する。
10

【0064】

本例において、加熱部材1は、基層2と第1金属めっき層4との間に下地層3を有している。加熱部材1は、第1金属めっき層4上に形成された第2金属めっき層5を有している。加熱部材1は、第2金属めっき層5上に、ゴム弾性層6を有している。加熱部材1は、ゴム弾性層6上に、表層7を有している。なお、第1金属めっき層4は、無電解金属めっきにより形成されている。また、第2金属めっき層5は、電解金属めっきまたは無電解金属めっきにより形成されている。

【0065】

本例において、基層2は、筒状に形成されている。したがって、加熱部材1は、ベルト形状を呈しており、筒状の基層2の外周面に沿って、下地層3、第1金属めっき層4、第2金属めっき層5、ゴム弾性層6、および、表層7がこの順に積層されている。基層2を形成する基層用ポリマーは、具体的には、ポリアミドイミドである。当該ポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率は、1.04以上とされている。基層2の筒径は40mm程度、基層2の厚みは80μm程度、基層2の筒軸方向の長さは350mm程度である。
20

【0066】

本例において、下地層3は、図3に示されるように、バインダーポリマー31と、触媒32と、を含んでいる。なお、図2および図4では、触媒32は省略されている。バインダーポリマー31は、具体的には、ポリアミドイミドである。当該ポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率は、1.04以上とされている。触媒31は、Pdナノ粒子321の凝集体322である。Pdナノ粒子321の凝集体322は、その表面のみならず、内部にもPdナノ粒子321が存在している。なお、下地層3には、下地層3表面に露出するPdナノ粒子321の凝集体322が含まれている。下地層3には、下地層3表面に露出するPdナノ粒子321の凝集体322以外にも、下地層3表面に露出していないPdナノ粒子321の凝集体322が含まれてもよい。また、下地層3は、Pdナノ粒子321の凝集体322以外にも、凝集していないPdナノ粒子321を有してもよい。なお、Pdナノ粒子321の凝集体322におけるPd成分は、第1金属めっき層3を無電解金属めっきにより形成する際のめっき成長の核として作用する。下地層3の厚みは、0.3μm～2μm程度とすることができる。
30

【0067】

本例において、第1金属めっき層3を形成する金属は、具体的には、NiまたはNi合金である。図4に模式的に示されるように、第1金属めっき層4は、柱状の結晶構造40を有している。柱状の結晶構造40は、基層2表面に対して垂直方向にめっきが成長することにより形成されている。第1金属めっき層3は、第1金属めっき層3を形成するための金属成分と、アミン化合物と、を含む無電解金属めっき液を用いて無電解金属めっきを実施することによって形成されている。第1金属めっき層3の厚みは、0.1～2μm程度とすることができます。なお、図4中、下地層3の触媒32は省略されている。また、図3中、柱状の結晶構造40は省略されている。

【0068】

10

20

30

40

50

本例において、第2金属めっき層5は、具体的には、電解金属めっきにより形成されている。第2金属めっき層5を形成する金属は、具体的には、CuまたはCu合金、あるいは、AgまたはAg合金である。第2金属めっき層の厚みは、15～30μm程度とすることができる。

【0069】

本例において、ゴム弾性層6は、熱伝導性を有するゴム組成物より形成されている。ゴム弾性層6に用いられるゴムは、具体的には、シリコーンゴムまたはフッ素ゴムである。ゴム弾性層6の厚みは、100～300μm程度とすることができる。

【0070】

本例において、表層7は、フッ素樹脂より形成されている。表層7の厚みは、5～80μm程度とすることができる。10

【0071】

本例において、加熱部材1は、電子写真方式の画像形成装置に組み込まれ、定着部材(定着ベルト)として用いられる。つまり、加熱部材1は、被加熱体としての、用紙に転写された未定着のトナーを加熱するためのものである。

【0072】

加熱部材1は、具体的には、画像形成装置の定着部において、例えば、加熱部材1に対向するように配置された加圧ロールに圧接させ、加圧ロールに従動して回動するように構成することができる。この場合、加熱部材1の表面と加圧ロールとの表面とを圧接させた状態に保持することによりニップ部を形成することができる。そして、このニップ部に未定着のトナー像を保持した用紙を通過させ、加熱部材1による熱および圧力によって未定着のトナー像を溶融させて用紙に定着させることができる。20

【0073】

なお、加熱部材1の発熱は、例えば、次のようにすることができる。画像形成装置の定着部において、加熱部材1の外周表面と隙間を設けて設置した磁場発生ユニットのIHコイルに所定の周波数の交流電流を印加する。これにより、IHコイルの周囲に交流磁界が発生する。交流磁界が、加熱部材1の第1金属めっき層4、第2金属めっき層5を横切る際に、電磁誘導作用によってその交流磁界の変化を妨げる磁界を発生するよう誘導電流(渦電流)が生じる。誘導電流が加熱部材1の第1金属めっき層4、第2金属めっき層5を流れることによって、これらの層の抵抗値に比例した電力によるジュール熱が発生し、第1金属めっき層4、第2金属めっき層5が発熱する。これにより、加熱部材1を発熱させることができる。30

【0074】

(参考例)

参考例の加熱部材1は、図5に示されるように、下地層3の触媒が、担体323表面にPd321を担持するPd担持担体320である点、第2金属めっき層5を有していない点、表層7を有していない点で、実施例1の加熱部材1と相違している。したがって、参考例の加熱部材1は、第1金属めっき層4とゴム弾性層6とが接している。その他の構成は、実施例1と同様である。但し、下地層の厚みは、1μm～5μm程度とされている。また、第1金属めっき層4の厚みは、0.1～30μm程度とされている。40

【0075】

以下、異なる構成を有する加熱部材の試料を複数作製し、評価を行った。その実験例について説明する。

【0076】

(実験例)

<各種材料の準備>

- ポリアミドイミドワニスの調製 -

攪拌機、窒素導入管、温度計、冷却管を備えた反応容器に、表1の配合比率に従って各材料を投入し、N-メチル-2-ピロリドン(NMP)を固形分26%となるように仕込み、窒素気流下にて攪拌しながら1時間かけて160まで昇温し、そのまま160で50

約10時間反応させた後反応を停止した。これにより、ポリアミドイミドワニス（P A Iワニス）A～G（固体分濃度：26質量%）を調製した。

【0077】

- 基層形成用材料 -

ポリアミドイミドワニスAを基層形成用材料（1）、ポリアミドイミドワニスBを基層形成用材料（2）、ポリアミドイミドワニスCを基層形成用材料（3）、ポリアミドイミドワニスDを基層形成用材料（4）、ポリアミドイミドワニスEを基層形成用材料（5）、ポリアミドイミドワニスFを基層形成用材料（6）、ポリアミドイミドワニスGを基層形成用材料（7）とした。なお、基層形成用材料（1）～（7）における基層用ポリマーは、ポリアミドイミドであり、当該ポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率は、基層形成用材料（1）が1.22、基層形成用材料（2）が1.67、基層形成用材料（3）が1.11、基層形成用材料（4）が1.04、基層形成用材料（5）が1.11、基層形成用材料（6）が1.67、基層形成用材料（7）が1.00である。
10

【0078】

- 下地層形成用材料 -

【0079】

ポリアミドイミドワニスAと、イオックス社製「メタロイド」に使用されているPdナノ粒子の凝集体（一次粒径5nm、二次粒径50nm）とを含み、塗料粘度が100mPa・s（25）程度の塗料の原液（イオックス社製）を、下地層形成用材料（1）とした。なお、下地層形成用材料（1）におけるバインダーポリマーは、ポリアミドイミドであり、当該ポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率は、1.22である。
20

【0080】

ポリアミドイミドワニスBと、イオックス社製「メタロイド」に使用されているPdナノ粒子の凝集体（一次粒径5nm、二次粒径50nm）とを含み、塗料粘度が100mPa・s（25）程度の塗料の原液（イオックス社製）を、下地層形成用材料（2）とした。なお、下地層形成用材料（2）におけるバインダーポリマーは、ポリアミドイミドであり、当該ポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率は、1.67である。
30

【0081】

ポリアミドイミドワニスCと、イオックス社製「メタロイド」に使用されているPdナノ粒子の凝集体（一次粒径5nm、二次粒径50nm）とを含み、塗料粘度が100mPa・s（25）程度の塗料の原液（イオックス社製）を、下地層形成用材料（3）とした。なお、下地層形成用材料（3）におけるバインダーポリマーは、ポリアミドイミドであり、当該ポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率は、1.11である。
40

【0082】

ポリアミドイミドワニスDと、イオックス社製「メタロイド」に使用されているPdナノ粒子の凝集体（一次粒径5nm、二次粒径50nm）とを含み、塗料粘度が100mPa・s（25）程度の塗料の原液（イオックス社製）を、下地層形成用材料（4）とした。なお、下地層形成用材料（4）におけるバインダーポリマーは、ポリアミドイミドであり、当該ポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率は、1.04である。
50

【0083】

ポリアミドイミドワニスEと、イオックス社製「メタロイド」に使用されているPdナノ粒子の凝集体（一次粒径5nm、二次粒径50nm）とを含み、塗料粘度が100mPa・s（25）程度の塗料の原液（イオックス社製）を、下地層形成用材料（5）とした。なお、下地層形成用材料（5）におけるバインダーポリマーは、ポリアミドイミドであり、当該ポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率は、1.11である。
50

【0084】

ポリアミドイミドワニスFと、イオックス社製「メタロイド」に使用されているPdナノ粒子の凝集体（一次粒径5nm、二次粒径50nm）とを含み、塗料粘度が100mPa・s(25)程度の塗料の原液（イオックス社製）を、下地層形成用材料（6）とした。なお、下地層形成用材料（6）におけるバインダーポリマーは、ポリアミドイミドであり、当該ポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率は、1.67である。

【0085】

ポリアミドイミドワニスGと、イオックス社製「メタロイド」に使用されているPdナノ粒子の凝集体（一次粒径5nm、二次粒径50nm）とを含み、塗料粘度が100mPa・s(25)程度の塗料の原液（イオックス社製）を、下地層形成用材料（7）とした。なお、下地層形成用材料（7）におけるバインダーポリマーは、ポリアミドイミドであり、当該ポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率は、1.00である。

10

【0086】

ポリアミドイミドワニスA：100質量部と、Pd担持カーボン：120質量部とを、固体分濃度が7.5質量%となるようにN-メチル-2-ピロリドン（NMP）に分散、混合することにより、下地層形成用材料（8）を調製した。なお、下地層形成用材料（8）におけるバインダーポリマーは、ポリアミドイミドであり、当該ポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率は、1.22である。

20

【0087】

なお、下地層形成用材料（8）の調製において、Pd担持カーボンは、次のように準備した。担体として、炭素系材料であるカーボンブラック（キャンカープ社製、「サーマックスN990」）30gを準備した。このカーボンブラックを、60質量%の硝酸水溶液に50で10分間浸漬させた。これにより、カーボンブラック表面をエッチング処理した。次いで、これをろ過、水洗後、アミノカルボン酸系界面活性剤（奥野製薬工業社製、「コンディライザ-SP」）に50で10分間浸漬させた。これにより、カーボンブラック表面の表面調整を行った。次いで、これをろ過、水洗後、Pd-Sn錯体コロイド溶液（奥野製薬工業社製、「OPC-80キャタリスト」）に25で10分間浸漬させた。これにより、カーボンブラック表面にPd-Sn錯体を吸着させた。次いで、これをろ過、水洗後、10質量%の塩酸水溶液に25で10分間浸漬させた。これにより、カーボンブラック表面に金属Pdを生成させた。次いで、これをろ過、水洗、乾燥することにより、Pd担持カーボンを得た。

30

【0088】

- 脱脂液 -

アルカリ性脱脂剤（奥野製薬社製、「OPC-190クリーナー」）200mlと、3質量%の苛性ソーダ1200mlと、イオン交換水600mlとを混合することにより、脱脂液を調製した。

【0089】

- 第1金属めっき層形成用の無電解金属めっき液 -

40

硫酸ニッケル六水和物：26g/L、次亜リン酸ナトリウム一水和物（還元剤）：32g/L、グリシン（錯化剤）：7.5g/L、クエン酸ナトリウム二水和物（錯化剤）：30g/Lを混合することにより、無電解金属めっき液（1）を調製した。

【0090】

硫酸ニッケル六水和物：26g/L、次亜リン酸ナトリウム一水和物（還元剤）：32g/L、クエン酸ナトリウム二水和物（錯化剤）：30g/Lを混合することにより、無電解金属めっき液（2）とした。なお、無電解金属めっき液（2）は、アミン化合物の一種であるグリシンを含んでいない。

【0091】

- 第2金属めっき層形成用の電解金属めっき液 -

50

硫酸銅：70 g / L、硫酸：200 g / L、光沢剤（奥野製薬工業社製、「トップルチナL S」）：5 mL / L、35% 塩酸：0.125 mL / Lを混合することにより、電解金属めっき液を調製した。

【0092】

-ゴム弹性層形成用材料-

熱伝導性を有するシリコーンゴム（信越化学工業社製、「X34-2133」）をプラネタリーミキサーにて混練し、その後、固形分濃度が60質量%となるようにトルエンにて溶解することにより、ゴム弹性層形成用材料を調製した。

【0093】

-表層形成用材料-

表層形成用材料として、テトラフルオロエチレン・パーカルオロアルコキビニルエーテル共重合体（PFA）製のチューブ（厚み30 μm）を準備した。

10

【0094】

<試料1～試料6、試料9の加熱部材>

直径40 mm、軸方向長さ450 mmのアルミニウム製の円筒パイプ表面に、ディップコート法により、表1に示される所定の基層形成用材料を塗工し、230で60分間乾燥させた。なお、上記塗工時の引上速度は100 mm / 秒とした。これにより、円筒パイプの外周面上に、ポリアミドイミド（PAI）よりなる筒状の基層（厚み80 μm）を形成した。

【0095】

20

次いで、基層の表面に、刷毛塗り法により、表1に示される所定の下地層形成用材料を塗工し、120で15分間熱処理した後、さらに、240で15分間熱処理した。これにより、基層の外周面上に、下地層（0.5 μm）を形成した。その後、下地層が形成された基層を、脱脂液に65で5分間浸漬し、その後、純水をかけ流すことにより、水洗した。これにより、下地層の表面を脱脂した。なお、下地層には、バインダーポリマーとしてのポリアミドイミド（PAI）と、触媒としてのPdナノ粒子の凝集体とが含まれている。また、下地層表面は、脱脂液によりエッティングされ、その結果、下地層表面にはPdナノ粒子の凝集体の一部が露出していた。

【0096】

30

次いで、下地層が形成された基層を、無電解金属めっき液（1）に浸漬（めっき液温度：84、めっき時間：5分間）し、その後、純水をかけ流すことにより、水洗した。これにより、下地層の外周面上に、第1金属めっき層（厚み1 μm）を形成した。第1金属めっき層は、無電解Niめっきより形成されている。また、第1金属めっき層の断面を、走査型電子顕微鏡にて観察した結果、図6に代表して示されるように、基層表面に対して垂直方向に成長した柱状晶が多数観察された。この結果から、第1金属めっき層は、柱状の結晶構造40を有していることが確認された。

【0097】

次いで、第1金属めっき層の表面に、電解金属めっき液を用いて、電流密度2.5 A / dm²、温度25にて20分間電解金属めっきを行った。これにより、第1金属めっき層の外周面上に、第2金属めっき層（厚み20 μm）を形成した。第2金属めっき層は、電解Cuめっきより形成されている。

40

【0098】

次いで、第2金属めっき層の表面に、ディップコート法によりゴム弹性層形成用材料を塗工し、130で30分間熱処理した。なお、塗工時の引上速度は100 mm / 秒とした。これにより、第2金属めっき層の外周面上に、シリコーンゴム製のゴム弹性層（厚み200 μm）を形成した。

【0099】

次いで、ゴム弹性層の表面に、チューブ状の表層形成用材料を覆い被せた。これにより、ゴム弹性層の外周面上に、フッ素樹脂製の表層（厚み30 μm）を形成した。

【0100】

50

以上により、試料1～試料6、試料9の加熱部材を作製した。

【0101】

<試料7の加熱部材>

試料1の加熱部材の作製と同様にして、基層を形成した。次いで、この基層の表面を、
200g/LのNaOH水溶液にて40で10分間エッティング処理した。

【0102】

次いで、この基層を、Pd触媒付与剤（奥野製薬工業社製、「OPC-50インデューサー」）に40で5分間浸漬させた。これにより、基層表面にPdイオンを付与した。
次いで、この基層を、活性化剤（奥野製薬工業（株）製、「OPC-150クリスター」）に25で5分間浸漬させた。これにより、基層表面に、下地層に代えて金属Pdを生成させた。
10

【0103】

以降は、試料1の加熱部材の作製と同様にして、上記基層上に、第1金属めっき層、第2金属めっき層、ゴム弾性層、および、表層をこの順に形成した。以上により、試料7の加熱部材を作製した。なお、試料7の加熱部材における第1金属めっき層は、柱状の結晶構造を有していた。試料7の加熱部材は、参考試料である。

【0104】

<試料8の加熱部材>

試料1の加熱部材の作製と同様にして、基層を形成した。次いで、Pdナノ粒子の凝集体の代わりにPd担持カーボンを含む下地層形成用材料（8）を用い、基層の表面に、刷毛塗り法により下地層形成用材料（8）を塗工し、120で15分間熱処理した後、さらに、240で15分間熱処理した。これにより、基層の外周面上に、下地層（厚み1.5μm）を形成した。
20

【0105】

以降は、第1金属めっき層のめっき条件を、めっき液温度：90、めっき時間：6分間とした点以外は、試料1の加熱部材の作製と同様にして、上記基層上に、下地層、第1金属めっき層、第2金属めっき層、ゴム弾性層、および、表層をこの順に形成した。以上により、試料8の加熱部材を作製した。なお、試料8の加熱部材における第1金属めっき層は、柱状の結晶構造を有していた。試料8の加熱部材は、参考試料である。

【0106】

<試料1Cの加熱部材>

試料1の加熱部材の作製において、アミン化合物を含む無電解金属めっき液（1）に代えて、アミン化合物を含まない無電解金属めっき液（2）を用いた点以外は同様にして、試料1Cの加熱部材を作製した。第1金属めっき層の断面を、走査型電子顕微鏡にて観察した結果、図7に示されるように、第1金属めっき層は、基層表面と平行な方向にめっきが成長していた。この結果から、第1金属めっき層は、層状の結晶構造40Cを有していることが確認された。
30

【0107】

<屈曲耐久性>

試料の加熱部材から、ベルト周方向と長手方向が一致するように短冊状試験片（15mm×115mm）を切り出し、25×50%RH環境下、MIT耐折疲労試験機（東洋精機製作所社製「MIT-DA」）を用いてMIT試験を行い、MIT回数を測定した。試験条件は、スプリング介在状態で荷重1kg、反復速度175サイクル/分、振れ角度45°、先端R（屈曲時の曲率半径）0.38mmとした。なお、MIT回数は、屈曲耐久性の評価の指標となるものであり、このMIT回数が多い程、屈曲耐久性に優れていることを示す。この際、MIT回数が5000回以上の場合を繰り返し曲げ負荷による屈曲耐久性に優れるとして「A」、MIT回数が2000回以上5000回未満の場合を繰り返し曲げ負荷による屈曲耐久性が良好であるとして「B」、MIT回数が2000回以下の場合を繰り返し曲げ負荷による屈曲耐久性に劣るとして「C」とした。
40

【0108】

50

<めっき密着性>

試料の加熱部材から長さ10cm、幅1cmの短冊状の試験片を採取した。試験片を切断しないように、カッターナイフを用いて、下地層（試料7は基層）と第1金属めっき層との界面に切り込みを入れた。その後、引張試験機（島津製作所社製、「精密万能試験機AGS-1KNX」）を用いて、第1金属めっき層以上の上層を引っ張り、下地層（試料7は基層）と第1金属めっき層との間の密着強度（180°ピール強度）を測定した。この際、引張速度は25mm/分とした。

【0109】

密着強度が5N/cm以上の場合を「A+」、密着強度が3N/cm以上5N/cm未満の場合を「A」、密着強度が1N/cm以上3N/cm未満の場合を「A-」、密着強度が1N/cm未満の場合を「C」とした。

【0110】

<耐熱性>

市販のフルカラー複合機（コニカミノルタ社製、「bizhub C652DS」）に搭載されている定着ユニットを回転ユニットとして用い、この回転ユニットに試料の加熱部材を取り付けた。次いで、図8に示されるように、試料の加熱部材1の外周にIHコイル91を近接させて設置した。なお、図8中、加熱部材1の積層構造は省略されている。次いで、駆動用モーター92を回転駆動させることにより駆動系93を介して加圧ロール94を回転させ、加圧ロール94に圧接された試料の加熱部材1を連れまわりにより矢印Y方向に回転させた（回転数300rpm）。なお、図8中、Nは、試料の加熱部材1と加圧ロール94とのニップ部である。Sは、印刷用紙である。また、1.25kWにてIHコイル91を作動させ、回転する試料の加熱部材1を電磁誘導加熱により昇温させた。そして、筒軸方向の中央部における表面温度が230℃に到達した状態にて、試料の加熱部材1を1時間加熱し続けた。なお、表面温度は、試料の加熱部材1の外周に配置した非接触温度計95（キーエンス社製、「FT-H10」）を用いて測定した。そして、230℃の温度を保持したまま1時間、試料の加熱部材1を回転させた。その後、上述したMIT試験を行い、MIT回数を測定した。 $100 \times (\text{初期のMIT回数} - \text{加熱後のMIT回数}) / (\text{初期のMIT回数})$ の式により、MIT回数の悪化率（%）を算出した。MIT回数の悪化率が5%以下の場合「A」、MIT回数の悪化率が5%超10%以下の場合を「B」、MIT回数の悪化率が10%超の場合を「C」とした。

【0111】

<めっき反応性>

試料の加熱部材の作製条件に合わせて、Pdを表面に有する下地層（試料7はPdを表面に有する基層）を準備した。次いで、所定の無電解金属めっき液を用い、めっき液温度と目視によるめっき析出状態との関係を調査した。めっき液温度80℃にて第1金属めっき層が全体に析出した場合を「A+」、めっき液温度90℃にて第1金属めっき層が全体に析出した場合を「A」とした。

【0112】

<IH昇温性>

上述した「耐熱性」にて説明したように、1.25kWにてIHコイル95を作動させ、回転する試料の加熱部材1を電磁誘導加熱により昇温させた。そして、試料の加熱部材1の外周に配置した上記非接触温度計95を用いて、試料の表面温度が200℃に到達するまでの昇温時間を測定した。昇温時間が20秒以下の場合を「A」、昇温時間が20秒超~30秒未満の場合を「B」、昇温時間が30秒以上の場合を「C」とした。なお、本試験は、加熱部材1を定着部材として用いた場合の基本性能を調査したものである。

【0113】

表1に、ポリアミドイミドワニスの配合、表2に、試料の加熱部材の詳細構成、製造条件、評価結果等をまとめて示す。

【0114】

10

20

30

40

【表1】

材料	製造元	ポリアミドイミドワニスの配合比(mol%)					
		A	B	C	D	E	F
MDI	東京化成工業社製、試薬	15	15	15	15	15	15
TODI	東京化成工業社製、試薬	85	85	85	85	85	85
TMA	東京化成工業社製、試薬	90	75	95	98	95	75
BTDA	東京化成工業社製、試薬	10	25	—	—	—	—
PMDA	東京化成工業社製、試薬	—	—	5	—	—	—
BPDA	東京化成工業社製、試薬	—	—	—	2	—	—
ODPA	東京化成工業社製、試薬	—	—	—	—	5	—
DSDA	東京化成工業社製、試薬	—	—	—	—	—	25
ポリアミドイミドのアミド結合の比率		1.22	1.67	1.11	1.04	1.11	1.67
							1.00

【0115】

10

20

30

40

【表2】

	試料1	試料2	試料3	試料4	試料5	試料6	試料7	試料8	試料9	試料1C
無電解金属めっき液	(1)	(1)	(1)	(1)	(1)	(1)	(1)	(1)	(1)	(2)
無電解金属めっき液 中のアミン化合物	グリシン	グリシン	グリシン	グリシン	グリシン	グリシン	グリシン	グリシン	グリシン	—
めっき種	無電解Ni	無電解Ni	無電解Ni	無電解Ni	無電解Ni	無電解Ni	無電解Ni	無電解Ni	無電解Ni	無電解Ni
めっき結晶構造	柱状	柱状	柱状	柱状	柱状	柱状	柱状	柱状	柱状	層状
めっき層厚み(μm)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
下地層形成用材料	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)		(8)	(7)	(1)
ポリアミドイミドワニス	A	B	C	D	E	F		A	G	A
アミド結合に対する イミド結合の比率	1.22	1.67	1.11	1.04	1.11	1.67	—	1.22	1.00	1.22
触媒	Pdナノ粒子 凝集体	Pdナノ粒子 凝集体	Pdナノ粒子 凝集体	Pdナノ粒子 凝集体	Pdナノ粒子 凝集体	Pdナノ粒子 凝集体	Pdナノ粒子 凝集体	Pd担持 カーボン 凝集体	Pdナノ粒子 凝集体	Pdナノ粒子 凝集体
厚み	0.5 μm	0.5 μm	0.5 μm	0.5 μm	0.5 μm	0.5 μm	0.5 μm	1.5 μm	0.5 μm	0.5 μm
基層形成用材料	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(1)	(1)	(7)	(1)
ポリアミドイミドワニス	A	B	C	D	E	F	A	A	G	A
基層	アミド結合に対する イミド結合の比率	1.22	1.67	1.11	1.04	1.11	1.67	1.22	1.00	1.22
評価	屈曲耐久性 めつき密着性 耐熱性 めつき反応性 IH昇温性	A A+ A A+ A	A A+ B A A	C A+ A A+ A						

【0116】

表1、表2、図6、および、図7によれば、以下のことがわかる。

試料1Cの加熱部材は、アミン化合物を含まない無電解金属めっき液(2)を用いて第1金属めっき層が形成されている。そのため、第1金属めっき層の結晶構造は、柱状とならず、層状となった。そのため、試料1Cの加熱部材における第1金属めっき層は、屈曲

に対する韌性に乏しい。そのため、試料1Cの加熱部材に繰り返し曲げ負荷が加えられた際に、基層の変形に対して層状の結晶構造を有する第1金属めっき層が十分に追従することができず、第1金属めっき層が剥離した。その結果、試料1Cの加熱部材は、繰り返し曲げ負荷による屈曲耐久性に劣っていた。

【0117】

これらに対し、試料1～試料9の加熱部材は、アミン化合物を含む無電解金属めっき液(1)を用いて第1金属めっき層が形成されている。そのため、各加熱部材における各第1金属めっき層の結晶構造は、いずれも層状にはならず、柱状となつた。そのため、各加熱部材における第1金属めっき層の屈曲に対する韌性が向上した。そのため、各加熱部材に繰り返し曲げ負荷が加えられた際に、各基層の変形に対して柱状の結晶構造を有する各第1金属めっき層が十分に追従することができ、各第1金属めっき層が剥離し難かった。それ故、各加熱部材は、繰り返し曲げ負荷による屈曲耐久性を向上させることができた。

【0118】

また、試料1～試料9の加熱部材同士を比較すると、次のことがわかる。基層と第1金属めっき層との間に、バインダーポリマーと触媒とを含む下地層を有する場合には、基層と下地層との間は、基層用ポリマーとバインダーポリマー、つまり、ポリマー同士の密着になる。そのため、この場合には、基層に対する第1金属めっき層の密着性を向上させやすかった。また、この場合には、煩雑なめっき前処理工程を基層に対して実施することなく、無電解金属めっきにより第1金属めっき層を形成することができ、製造性に優れた加熱部材を得やすくなるといえる。この際、基層用ポリマーおよびバインダーポリマーが、いずれもポリアミドイミドである場合には、同種ポリマーであるポリアミドイミド同士が接するため、基層に対する第1金属めっき層の密着性を一層向上させやすかった。とりわけ、基層用ポリマーとしてのポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率、バインダーポリマーとしてのポリアミドイミドのアミド結合に対するイミド結合の比率が、いずれも1.04以上である場合には、加熱された状態で繰り返し曲げ負荷が加えられた場合でも、屈曲耐久性を確保することができるため、加熱部材の耐熱性向上に有利であるといえる。

【0119】

また、下地層の触媒がPdナノ粒子の凝集体である場合には、下地層の触媒がPd担持カーボンである場合に比べ、第1金属めっき層の密着性向上に有利であることがわかる。これは以下の理由によるものと推察される。下地層の触媒がPdナノ粒子の凝集体である場合には、Pdと無電解金属めっきとが金属結合により結合される。また、凝集体の内部に無電解金属めっき液が浸透し、下地層の凝集体の内部でも第1金属めっき層を形成する無電解金属めっきが析出する。そのため、この場合には、Pdと無電解金属めっきとの間の金属結合のみならず、凝集体の内部で析出した無電解金属めっきがアンカーとなり、下地層と第1金属めっき層との間のアンカー効果が高まると考えられる。その結果、第1金属めっき層の密着性をより一層向上させやすくなるものと考えられる。また、下地層の触媒がPdナノ粒子の凝集体である場合には、下地層の触媒がPd担持カーボンである場合に比べ、第1金属めっき層のめっき反応性も向上し、下地層の表面全体に第1金属めっき層を析出させやすくなる。それ故、下地層の触媒がPdナノ粒子の凝集体である場合には、均一な第1金属めっき層の形成に有利であるといえる。

【0120】

そのため、試料1～試料6、試料9の加熱部材は、電子写真方式の画像形成装置における定着部材(ここでは、定着ベルト)として好適であるといえる。

【0121】

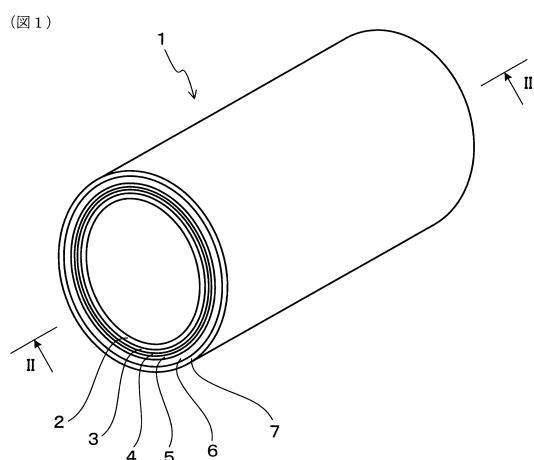
以上、本発明の実施例について詳細に説明したが、本発明は上記実施例に限定されるものではなく、本発明の趣旨を損なわない範囲内で種々の変更が可能である。

【符号の説明】

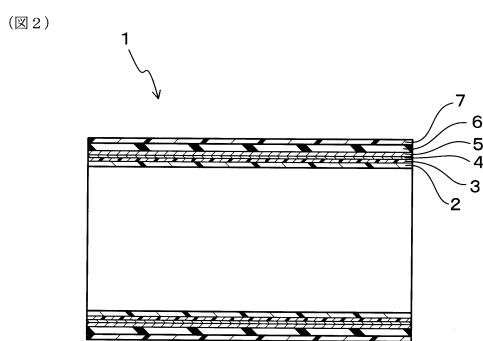
【0122】

- 2 基層
 3 下地層
 4 第1金属めっき層
 4 0 柱状の結晶構造
 5 第2金属めっき層
 6 ゴム弾性層
 7 表層

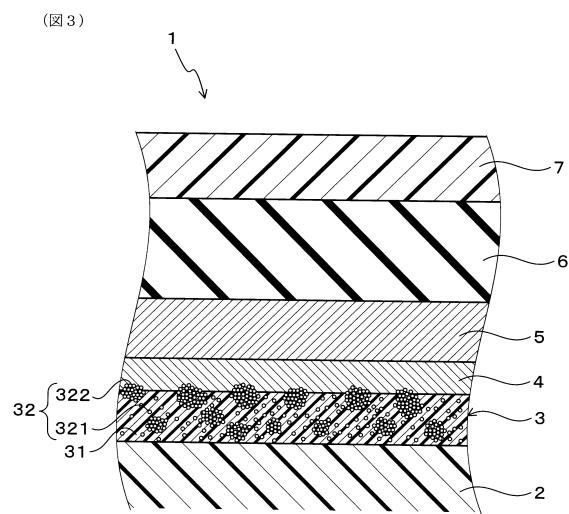
【図1】



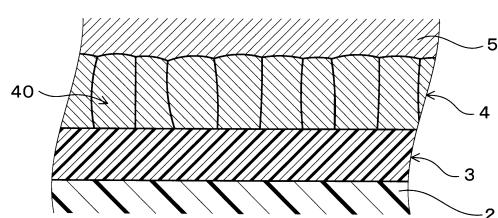
【図2】



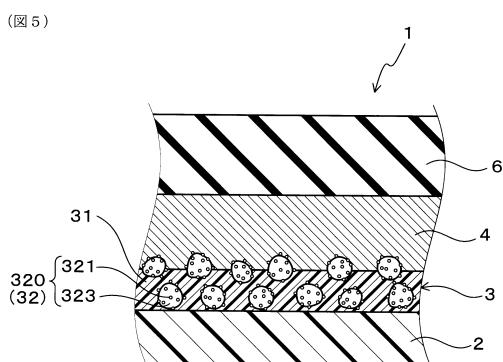
【図3】



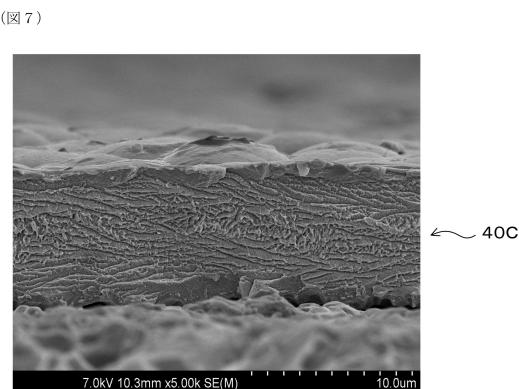
【図4】



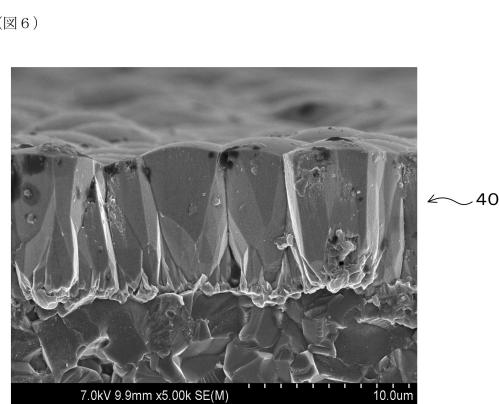
【図5】



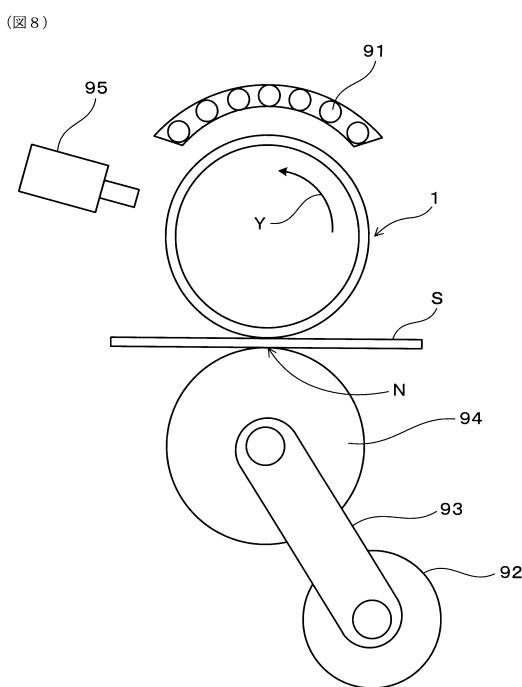
【図7】



【図6】



【図8】



フロントページの続き

(72)発明者 伊東 邦夫
愛知県小牧市東三丁目1番地 住友理工株式会社内

(72)発明者 鈴木 智志
愛知県小牧市東三丁目1番地 住友理工株式会社内

(72)発明者 河野 淳洋
愛知県小牧市東三丁目1番地 住友理工株式会社内

審査官 松山 紗希

(56)参考文献 特開2013-210406(JP,A)
特開2004-131801(JP,A)
特開2006-330539(JP,A)
米国特許出願公開第2010/0021748(US,A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G 03 G	15 / 20
G 03 G	15 / 00
G 03 G	15 / 16
F 16 C	13 / 00
B 65 H	5 / 06
B 32 B	1 / 00 - 1 / 08