

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6049329号
(P6049329)

(45) 発行日 平成28年12月21日 (2016.12.21)

(24) 登録日 平成28年12月2日 (2016.12.2)

(51) Int.Cl.	F I
G03G 5/14 (2006.01)	G03G 5/14 1 O 1 F
G03G 5/00 (2006.01)	G03G 5/14 1 O 1 E
	G03G 5/14 1 O 1 D
	G03G 5/00 1 O 1

請求項の数 12 (全 34 頁)

(21) 出願番号	特願2012-147154 (P2012-147154)	(73) 特許権者	000001007
(22) 出願日	平成24年6月29日 (2012. 6. 29)		キヤノン株式会社
(65) 公開番号	特開2014-10320 (P2014-10320A)		東京都大田区下丸子3丁目30番2号
(43) 公開日	平成26年1月20日 (2014. 1. 20)	(74) 代理人	100126240
審査請求日	平成27年3月17日 (2015. 3. 17)		弁理士 阿部 琢磨
		(74) 代理人	100124442
			弁理士 黒岩 創吾
		(72) 発明者	時光 亮一
			東京都大田区下丸子3丁目30番2号キヤノン株式会社内
		(72) 発明者	石塚 由香
			東京都大田区下丸子3丁目30番2号キヤノン株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 電子写真感光体、電子写真感光体の製造方法、プロセスカートリッジおよび電子写真装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

支持体、該支持体上に形成された樹脂および金属酸化物粒子を含有する下引き層、および該下引き層上に形成された感光層を有する電子写真感光体において、

該下引き層は、該下引き層をヘッドスペース法によって150℃で60分間加熱したときに、ガスクロマトグラフによってアゾール化合物が検出される層であり、

ガスクロマトグラフによって該下引き層から検出される該アゾール化合物の検出量 (g) を該下引き層の体積 (cm³) で除した値を A (g / cm³) とし、該下引き層における該金属酸化物粒子の含有量 (g) を該下引き層の体積 (cm³) で除した値を B (g / cm³) としたとき、

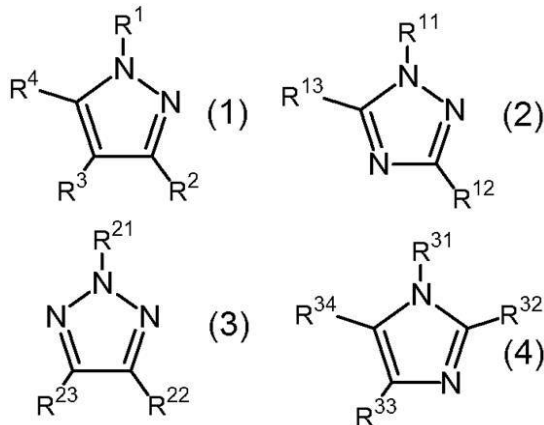
A および B が、下記式 (5) を満たし、

$$5.0 \times 10^{-7} < A / B < 1.5 \times 10^{-2} \cdots (5)$$

該アゾール化合物は、下記式 (1) で示される化合物、下記式 (2) で示される化合物、下記式 (3) で示される化合物および下記式 (4) で示される化合物からなる群より選択される少なくとも1種のアゾール化合物である

ことを特徴とする電子写真感光体。

【化 1】



10

(式(1)～(4)中、 $R^1 \sim R^4$ 、 $R^{11} \sim R^{13}$ 、 $R^{21} \sim R^{23}$ および $R^{31} \sim R^{34}$ は、それぞれ独立に、水素原子、または炭素数1から3のアルキル基を示す。)

【請求項 2】

前記下引き層が、下記(i)または(ii)の層である請求項1に記載の電子写真感光体。

(i) イソシアネート化合物およびポリオール樹脂の重合体、アゾール化合物、ならびに金属酸化物粒子を含有する層、

20

(ii) アゾール化合物でイソシアネート基がブロック化されたブロック化イソシアネート化合物およびポリオール樹脂の重合体、ならびに金属酸化物粒子を含有する層。

【請求項 3】

前記アゾール化合物が、前記式(1)で示される化合物、前記式(2)で示される化合物および前記式(3)で示される化合物からなる群より選択される少なくとも1種のアゾール化合物である請求項1または2に記載の電子写真感光体。

【請求項 4】

前記アゾール化合物が、前記式(1)で示される化合物である請求項3に記載の電子写真感光体。

30

【請求項 5】

前記金属酸化物粒子が、酸化スズ、酸化亜鉛および酸化チタンからなる群より選択される少なくとも1種の金属酸化物を含有する粒子である請求項1から4のいずれか1項に記載の電子写真感光体。

【請求項 6】

請求項1から5のいずれか1項に記載の電子写真感光体と、帯電手段、現像手段、転写手段およびクリーニング手段からなる群より選ばれる少なくとも1つの手段とを一体に支持し、電子写真装置本体に着脱自在であることを特徴とするプロセスカートリッジ。

【請求項 7】

請求項1から5のいずれか1項に記載の電子写真感光体と、帯電手段、露光手段、現像手段、および転写手段を有することを特徴とする電子写真装置。

40

【請求項 8】

支持体、該支持体上に形成された下引き層、および該下引き層上に形成された感光層を有する電子写真感光体を製造する電子写真感光体の製造方法において、

該製造方法が、金属酸化物粒子、イソシアネート化合物、ポリオール樹脂、およびアゾール化合物を含有する下引き層用塗布液の塗膜を形成する工程、および、該塗膜を加熱乾燥させることによって前記下引き層を形成する工程を有し、

該アゾール化合物が、下記式(1)で示される化合物、下記式(2)で示される化合物、下記式(3)で示される化合物および下記式(4)で示される化合物からなる群より選択される少なくとも1種のアゾール化合物であり、

50

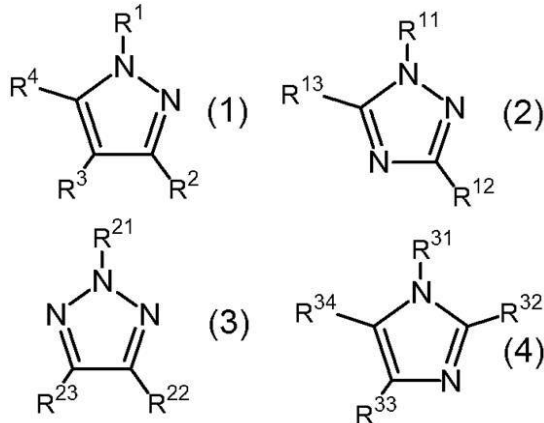
該下引き層をヘッドスペース法によって150 で60分間加熱したときに、ガスクロマトグラフによって該下引き層から検出される該アゾール化合物の検出量(g)を該下引き層の体積(cm^3)で除した値をA(g/cm^3)とし、該下引き層における該金属酸化物粒子の含有量(g)を該下引き層の体積(cm^3)で除した値をB(g/cm^3)としたとき、

AおよびBが、下記式(5)

$$\frac{5.0 \times 10^{-7}}{A/B} \leq 1.5 \times 10^{-2} \quad \dots (5)$$

を満たすことを特徴とする電子写真感光体の製造方法。

【化2】



(式(1)~(4)中、 $R^1 \sim R^4$ 、 $R^{11} \sim R^{13}$ 、 $R^{21} \sim R^{23}$ および $R^{31} \sim R^{34}$ は、それぞれ独立に、水素原子、または炭素数1から3のアルキル基を示す。)

【請求項9】

支持体、該支持体上に形成された下引き層、および該下引き層上に形成された感光層を有する電子写真感光体を製造する電子写真感光体の製造方法において、

該製造方法が、金属酸化物粒子、アゾール化合物でイソシアネート基がブロック化されたブロック化イソシアネート化合物、およびポリオール樹脂を含有する下引き層用塗布液の塗膜を形成する工程、および、該塗膜を加熱乾燥させることによって前記下引き層を形成する工程を有し、

該アゾール化合物が、下記式(1)で示される化合物、下記式(2)で示される化合物、下記式(3)で示される化合物および下記式(4)で示される化合物からなる群より選択される少なくとも1種のアゾール化合物であり、

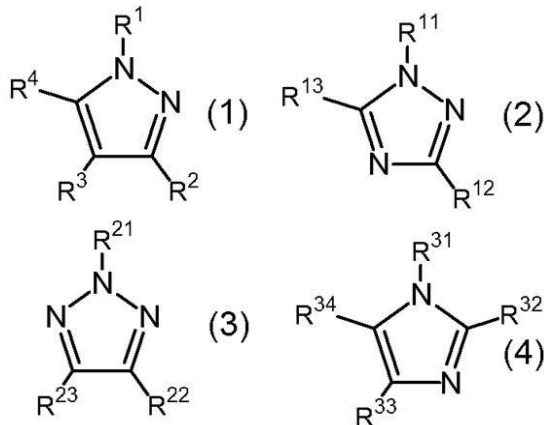
該下引き層をヘッドスペース法によって150 で60分間加熱したときに、ガスクロマトグラフによって該下引き層から検出される該アゾール化合物の検出量(g)を該下引き層の体積(cm^3)で除した値をA(g/cm^3)とし、該下引き層における該金属酸化物粒子の含有量(g)を該下引き層の体積(cm^3)で除した値をB(g/cm^3)としたとき、

AおよびBが、下記式(5)

$$\frac{5.0 \times 10^{-7}}{A/B} \leq 1.5 \times 10^{-2} \quad \dots (5)$$

を満たすことを特徴とする電子写真感光体の製造方法。

【化 3】



10

(式(1)～(4)中、 $R^1 \sim R^4$ 、 $R^{11} \sim R^{13}$ 、 $R^{21} \sim R^{23}$ および $R^{31} \sim R^{34}$ は、それぞれ独立に、水素原子、または炭素数1から3のアルキル基を示す。)

【請求項10】

前記アゾール化合物が、前記式(1)で示される化合物、前記式(2)で示される化合物および前記式(3)で示される化合物からなる群より選択される少なくとも1種のアゾール化合物である請求項8または9に記載の電子写真感光体の製造方法。

20

【請求項11】

前記アゾール化合物が、前記式(1)で示される化合物である請求項10に記載の電子写真感光体の製造方法。

【請求項12】

前記金属酸化物粒子が、酸化スズ、酸化亜鉛および酸化チタンからなる群より選択される少なくとも1種の金属酸化物を含有する粒子である請求項8から11のいずれか1項に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】

【0001】

30

本発明は、電子写真感光体、電子写真感光体の製造方法、ならびに、電子写真感光体を有するプロセスカートリッジおよび電子写真装置に関する。

【背景技術】

【0002】

電子写真装置に用いられる電子写真感光体として、金属酸化物粒子を含有する下引き層と、前記下引き層上に形成された電荷発生物質および電荷輸送物質を含有する感光層とを有する電子写真感光体(有機電子写真感光体)が用いられることがある。

【0003】

下引き層は、電気的抵抗(以下、抵抗と省略する)を調整することを1つの目的として設けられており、下引き層に金属酸化物粒子を含有させることによって、下引き層の抵抗を低下させる働きがある。これは、一般的な金属酸化物粒子が酸素欠損部位を有しているため、抵抗が低くすることができるためである。

40

【0004】

近年、電子写真装置の高速化(プロセススピードの高速化)に伴い、繰り返し使用時の明部電位の変動(電位変動)を抑制することが求められている。明部電位の変動を抑制する技術として、特許文献1には、電子写真感光体の下引き層にアントラキノン構造を有する化合物を付与した酸化亜鉛粒子を含有させる技術が開示されている。また、特許文献2には、下引き層に金属酸化物粒子の表面に光吸収が450～950nmの間にあるジアゾ金属錯体を配置させた金属酸化物粒子を含有させる技術が開示されている。

【先行技術文献】

50

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】特開2006-30700号公報

【特許文献2】特開2004-219904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、電子写真装置のプロセススピードが高速化することに伴い、高温高湿環境（例えば、30 / 85 % RH以上の高温高湿環境）下において、長期間の繰り返し使用時の明部電位の変動が顕著になるという課題があることが、本発明者らの検討によって明らかとなった。特許文献1および2に開示されている技術では、高温高湿環境下において長期間の繰り返し使用時の明部電位の変動が発生しやすい。

10

【0007】

本発明の目的は、高温高湿環境下において長期間繰り返し使用しても、明部電位の変動が抑制された電子写真感光体、および、その製造方法、ならびに、該電子写真感光体を有するプロセスカートリッジおよび電子写真装置を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明は、支持体、該支持体上に形成された樹脂および金属酸化物粒子を含有する下引き層、および前記下引き層上に形成された感光層を有する電子写真感光体において、

20

該下引き層は、該下引き層をヘッドスペース法によって150 で60分間加熱したときに、ガスクロマトグラフによってアゾール化合物が検出される層であり、

ガスクロマトグラフによって該下引き層から検出される該アゾール化合物の検出量 (g) を該下引き層の体積 (cm³) で除した値を A (g / cm³) とし、該下引き層における該金属酸化物粒子の含有量 (g) を該下引き層の体積 (cm³) で除した値を B (g / cm³) としたとき、

A および B が、下記式 (5) を満たし、

$$\frac{5.0 \times 10^{-7}}{A/B} \leq 1.5 \times 10^{-2} \dots (5)$$

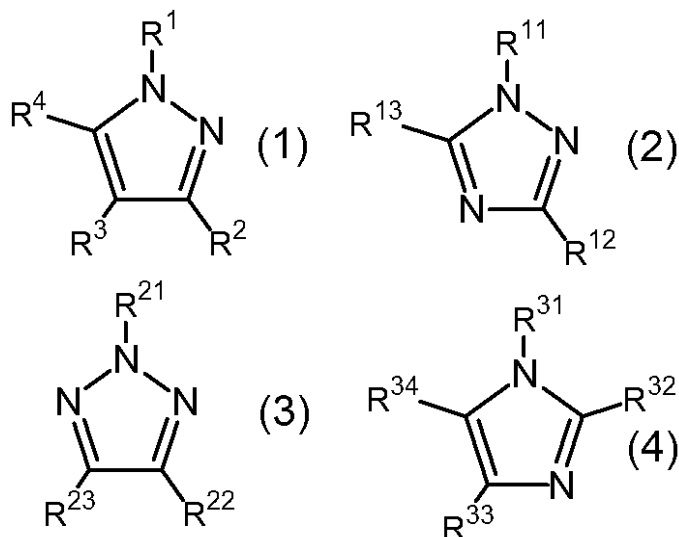
該アゾール化合物は、下記式 (1) で示される化合物、下記式 (2) で示される化合物、下記式 (3) で示される化合物および下記式 (4) で示される化合物からなる群より選択される少なくとも1種のアゾール化合物である

30

ことを特徴とする電子写真感光体に関する。

【0009】

【化1】



40

【0010】

50

式(1)～(4)中、 $R^1 \sim R^4$ 、 $R^{11} \sim R^{13}$ 、 $R^{21} \sim R^{23}$ および $R^{31} \sim R^{34}$ は、それぞれ独立に、水素原子、または炭素数1から3のアルキル基を示す。

【0011】

また、本発明は、上記電子写真感光体と、帯電手段、現像手段、転写手段およびクリーニング手段からなる群より選ばれる少なくとも1つの手段とを一体に支持し、電子写真装置本体に着脱自在であることを特徴とするプロセスカートリッジに関する。

【0012】

また、本発明は、上記電子写真感光体と、帯電手段、露光手段、現像手段、および転写手段を有することを特徴とする電子写真装置に関する。

【0013】

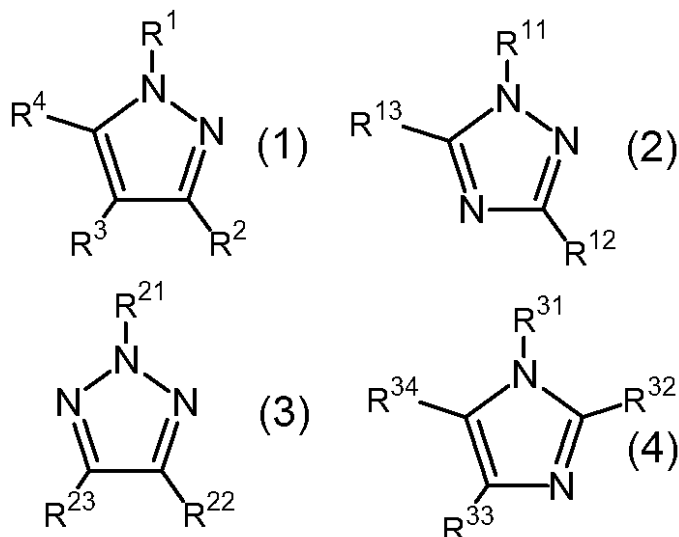
また、本発明は、支持体、該支持体上に形成された下引き層、および該下引き層上に形成された感光層を有する電子写真感光体を製造する電子写真感光体の製造方法において、該製造方法が、金属酸化物粒子、イソシアネート化合物、ポリオール樹脂、およびアゾール化合物を含有する下引き層用塗布液の塗膜を形成する工程、および、該塗膜を加熱乾燥させることによって前記下引き層を形成する工程を有し、

該アゾール化合物が、下記式(1)で示される化合物、下記式(2)で示される化合物、下記式(3)で示される化合物および下記式(4)で示される化合物からなる群より選択される少なくとも1種のアゾール化合物であり、

上記Aおよび上記Bが、上記式(5)を満たすことを特徴とする電子写真感光体の製造方法に関する。

【0014】

【化2】



【0015】

(式(1)～(4)中、 $R^1 \sim R^4$ 、 $R^{11} \sim R^{13}$ 、 $R^{21} \sim R^{23}$ および $R^{31} \sim R^{34}$ は、それぞれ独立に、水素原子、または炭素数1から3のアルキル基を示す。)

また、本発明は、支持体、該支持体上に形成された下引き層、および該下引き層上に形成された感光層を有する電子写真感光体を製造する電子写真感光体の製造方法において、該製造方法が、金属酸化物粒子、アゾール化合物でイソシアネート基がブロック化されたブロック化イソシアネート化合物、およびポリオール樹脂を含有する下引き層用塗布液の塗膜を形成する工程、および、該塗膜を加熱乾燥させることによって前記下引き層を形成する工程を有し、

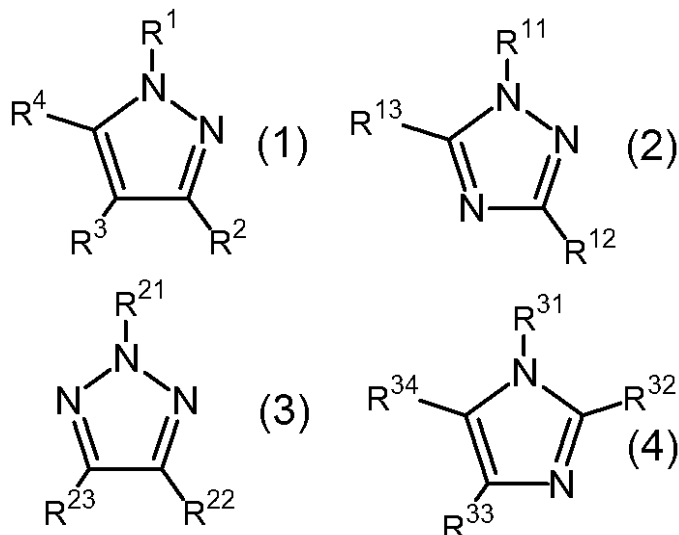
該アゾール化合物が、下記式(1)で示される化合物、下記式(2)で示される化合物、下記式(3)で示される化合物および下記式(4)で示される化合物からなる群より選択される少なくとも1種のアゾール化合物であり、

上記Aおよび上記Bが、上記式(5)を満たすことを特徴とする電子写真感光体の製造

方法に関する。

【 0 0 1 6 】

【 化 3 】



10

【 0 0 1 7 】

(式(1)～(4)中、R¹～R⁴、R¹¹～R¹³、R²¹～R²³およびR³¹～R³⁴は、それぞれ独立に、水素原子、または炭素数1から3のアルキル基を示す。)

20

【 発 明 の 効 果 】

【 0 0 1 8 】

本発明によれば、高温高湿環境下において長期間繰り返し使用しても、明部電位の変動の抑制に優れた電子写真感光体、および、その製造方法、ならびに、該電子写真感光体を有するプロセスカートリッジおよび電子写真装置を提供することができる。

【 図 面 の 簡 単 な 説 明 】

【 0 0 1 9 】

【 図 1 】 電子写真感光体を有するプロセスカートリッジを備えた電子写真装置の概略構成の一例を示す図である。

30

【 図 2 】 電子写真感光体の層構成の例を示す図である。

【 発 明 を 実 施 す る た め の 形 態 】

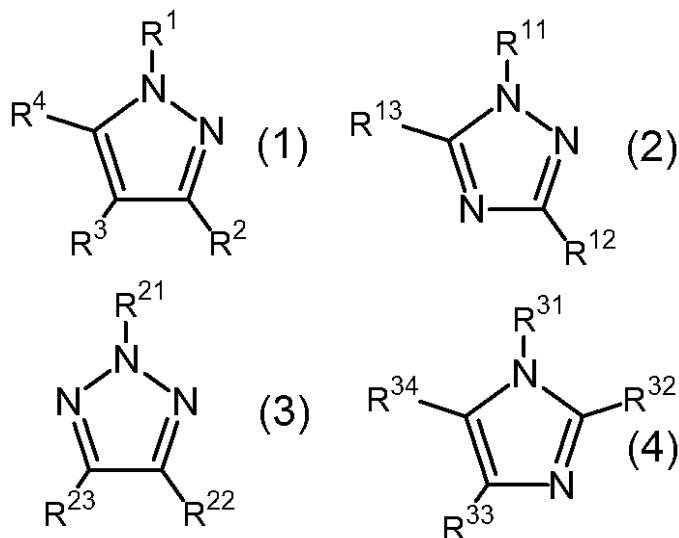
【 0 0 2 0 】

本発明の電子写真感光体は、支持体、該支持体上に形成された樹脂および金属酸化物粒子を含有する下引き層、および該下引き層上に形成された感光層を有する電子写真感光体である。そして、下引き層をヘッドスペース法において150℃で60分間加熱した場合に、ガスクロマトグラフによって下記式(1)で示される化合物、下記式(2)で示される化合物、下記式(3)で示される化合物および下記式(4)で示される化合物からなる群より選択される少なくとも1種のアゾール化合物が検出される層であることを特徴とする。つまり、下引き層が、上記アゾール化合物に由来する構造を有する樹脂、および/または、上記アゾール化合物を含有していることを特徴としている。そして、下引き層が、上記アゾール化合物に由来する構造を有する樹脂、および/または上記アゾール化合物を含有している場合、下引き層をヘッドスペース法において150℃で60分間加熱することで、下引き層に含有される、アゾール化合物に由来する構造を有する樹脂から遊離したアゾール化合物、および/または、アゾール化合物が気化する。そして、ガスクロマトグラフでこのアゾール化合物が検出される。

40

【 0 0 2 1 】

【化 4】



10

【 0 0 2 2 】

式 (1) ~ (4) 中、 $R^1 \sim R^4$ 、 $R^{11} \sim R^{13}$ 、 $R^{21} \sim R^{23}$ および $R^{31} \sim R^{34}$ は、それぞれ独立に、水素原子、または炭素数 1 から 3 のアルキル基を示す。

【 0 0 2 3 】

本発明者らは、上述の特徴をすることによって、高温高湿環境下において長期間の繰り返し使用時の電位変動を抑制される理由を以下のように推測している。

20

【 0 0 2 4 】

下引き層が含有している金属酸化物粒子は、一般的に、酸素欠損部を有しており、これによって伝導体のキャリア濃度が大きくなり、金属酸化物粒子の抵抗が低下する。そして、金属酸化物粒子の抵抗が低下することにより、電子の搬送性が増す。

【 0 0 2 5 】

しかし、電子写真感光体を長期間繰り返し使用すると、金属酸化物粒子の酸素欠損部が通電劣化によって酸化され、電子が不足した状態になる。それにより、金属酸化物粒子の電子の搬送性が低下し、下引き層の抵抗が上昇しやすくなると考えられる。よって、長期間の繰り返し使用時の明部電位が大きく変動する。特に、高温高湿環境下では、大気中の水分が多く、金属酸化物粒子の酸素欠損部から水分子への電子の移動が起きやすくなり、より通電劣化によって酸化されやすくなる。よって、高温高湿環境下では、長期間の繰り返し使用時の明部電位の変動が顕著になる。

30

【 0 0 2 6 】

一方、上記アゾール化合物は、窒素原子を複数有する 5 員環構造であるため、還元（電子供与）力の高い化合物であると考えられる。これにより、上記アゾール化合物に由来する構造を有する樹脂、および / または、アゾール化合物を含有する下引き層では、アゾール化合物の還元（電子供与）力によって金属酸化物粒子の通電劣化による酸化を抑制していると考えられる。これにより、高温高湿環境下においても、金属酸化物粒子の酸化が抑制し、もって、長期間繰り返し使用時の明部電位の変動を抑制しているものと推測している。

40

【 0 0 2 7 】

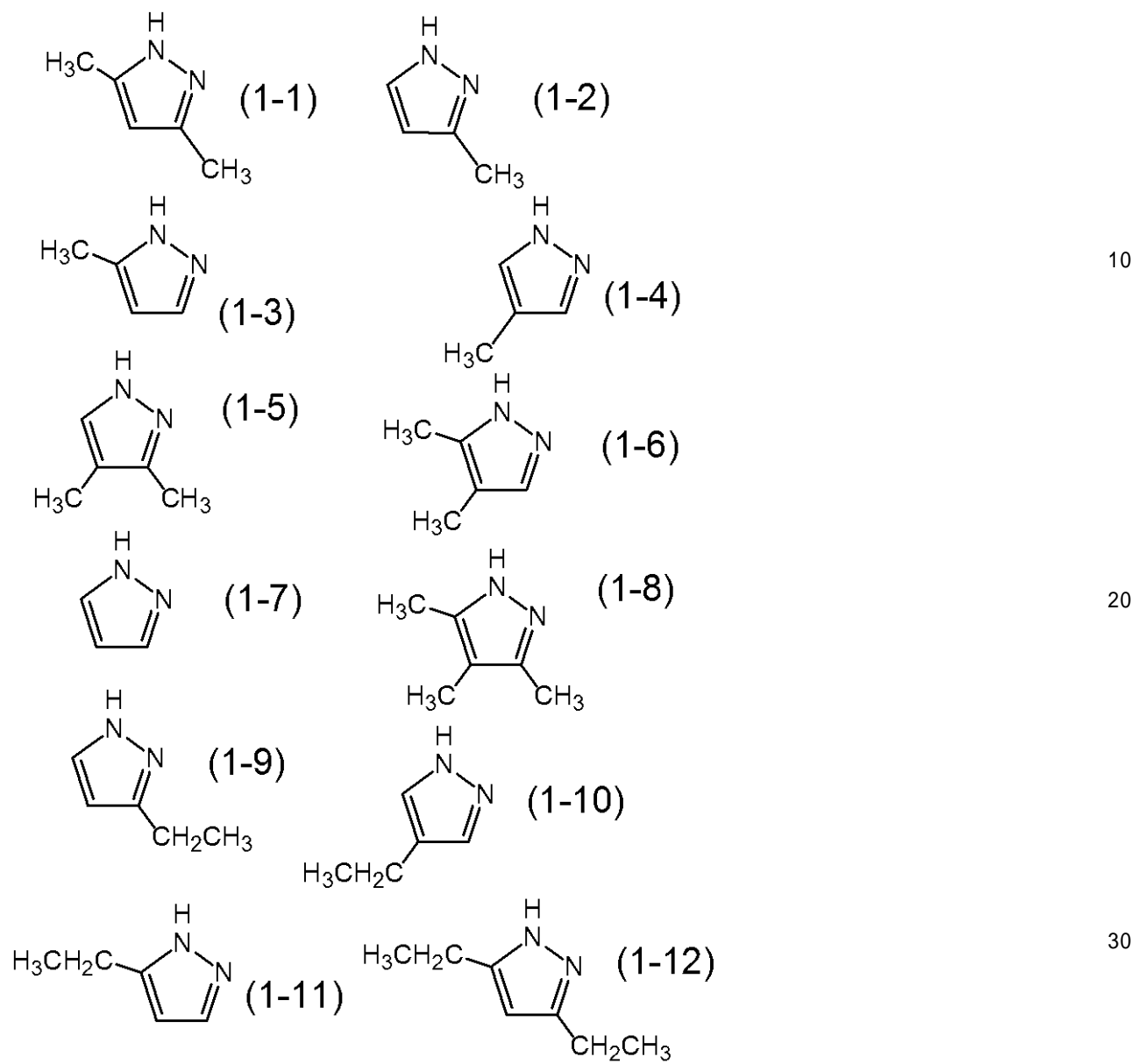
〔アゾール化合物〕

以下に、上記式 (1) ~ (4) のいずれかで示される化合物の具体例を示すが、本発明は、これらに限定されるものではない。例示化合物 (1 - 1) ~ (1 - 2 0) は、上記式 (1) で示される化合物の具体例である。例示化合物 (1 - 2 1) ~ (1 - 2 8) は、上記式 (2) で示される化合物の具体例である。例示化合物 (1 - 2 9) ~ (1 - 3 5) は、上記式 (3) で示される化合物の具体例である。例示化合物 (1 - 3 6) ~ (1 - 4 2) は、上記式 (4) で示される化合物の具体例である。

50

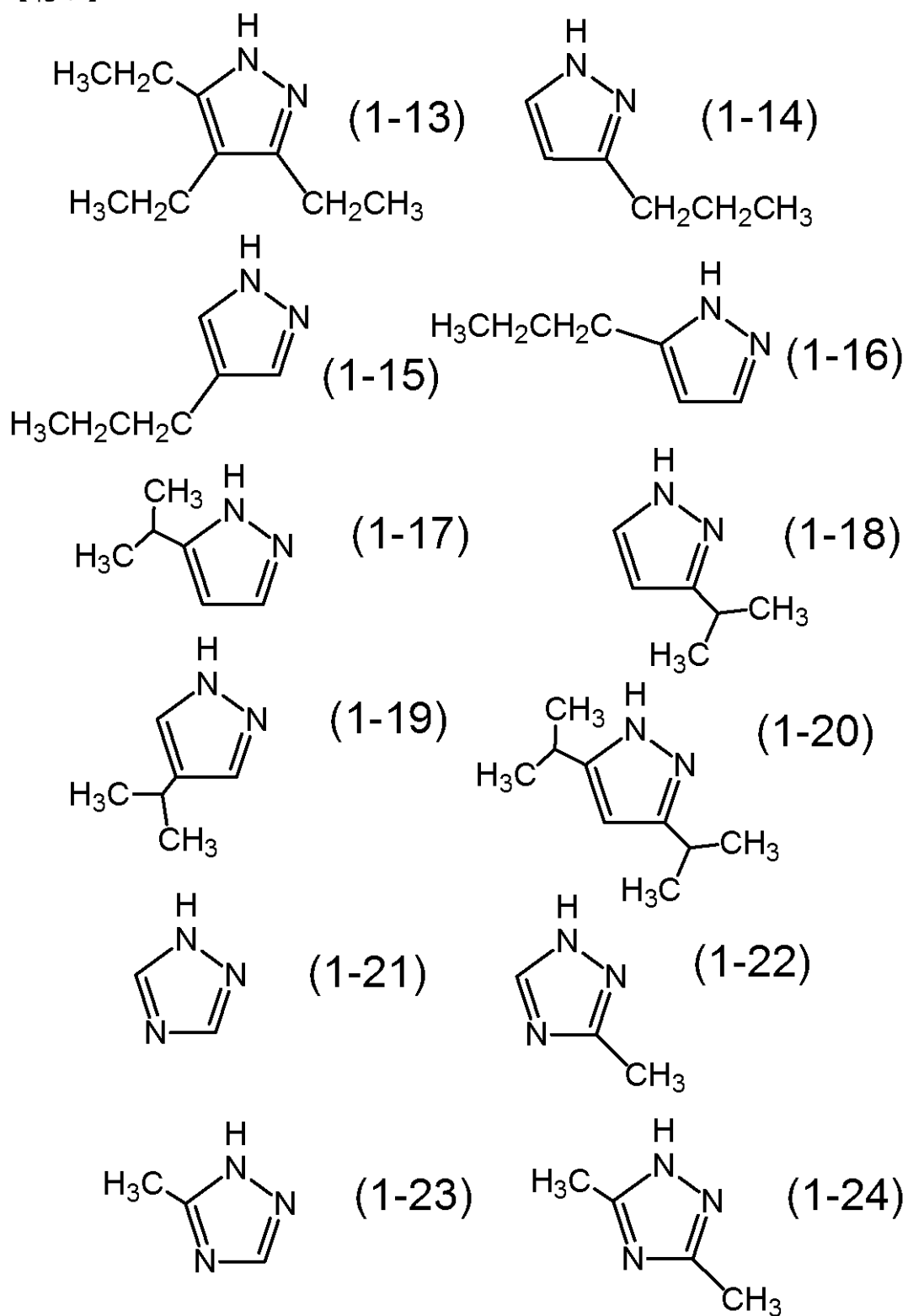
【 0 0 2 8 】

【 化 5 】



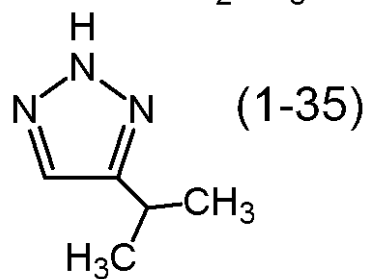
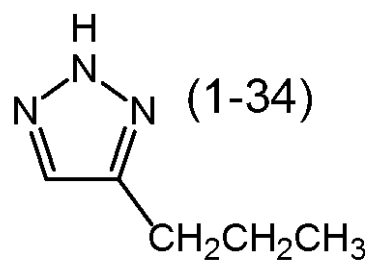
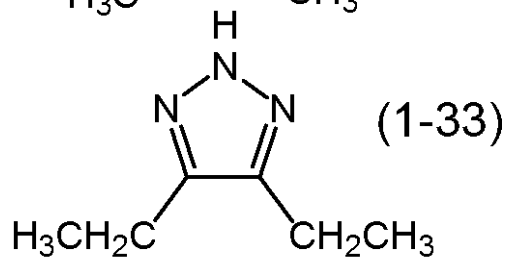
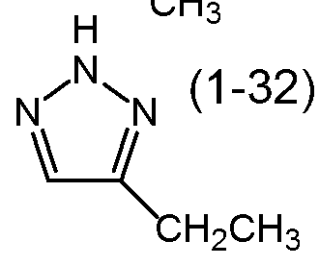
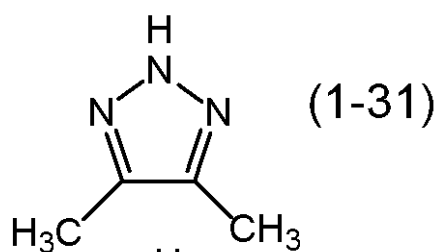
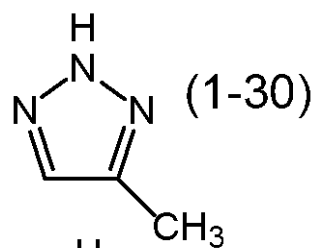
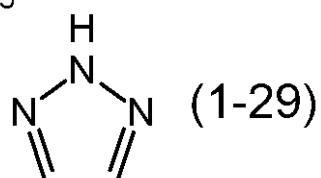
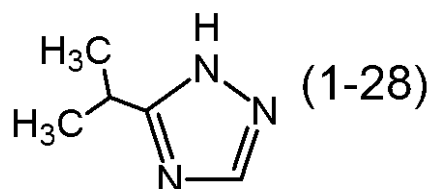
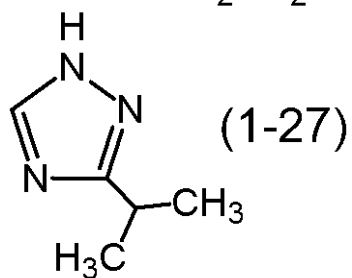
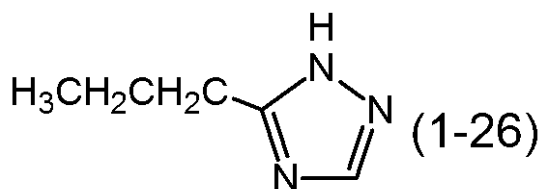
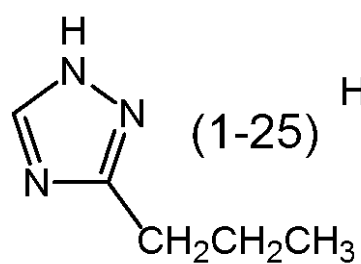
【 0 0 2 9 】

【化 6】



【 0 0 3 0 】

【化 7】



【 0 0 3 1 】

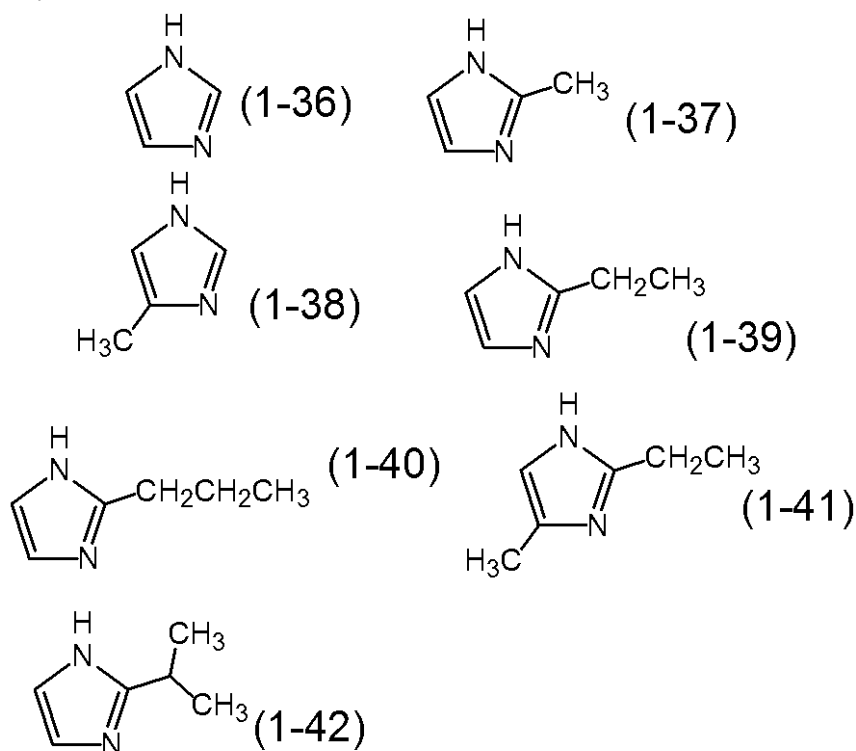
10

20

30

40

【化 8】



10

20

【0032】

これらの中でも、(1-1)～(1-35)が好ましく、特に(1-1)～(1-20)がより好ましい。特に、上記式(1)～(3)のいずれかで示される化合物は、窒素原子が隣接する5員環構造であるため、金属酸化物粒子への還元力が高くなり、金属酸化物粒子の通電劣化による酸化をより抑制しやすいため、長期間繰り返し使用時の明部電位の変動により優れている。さらに、上記式(1)で示される化合物は、上記式(2)または(3)で示される化合物より窒素原子の数が少ないため、上記式(1)で示される化合物はさらに金属酸化物粒子への還元力が高くなり、長期間繰り返し使用時の明部電位の変動により一層優れている。

30

【0033】

本発明において、上述の方法により検出されるアゾール化合物の検出量は、下記式(5)を満たすことがより好ましい。

$$5.0 \times 10^{-7} \leq A/B \leq 1.5 \times 10^{-2} \cdots (5)$$

上記式(5)において、Aは、下引き層をヘッドスペース法において150℃で60分間加熱した場合に、ガスクロマトグラフによって検出される上記アゾール化合物の検出量(g)を下引き層の体積(cm³)で除した値(g/cm³)である。また、Bは、下引き層における金属酸化物粒子の含有量(g)を下引き層の体積(cm³)で除した値(g/cm³)である。式(5)を満たすように下引き層がアゾール化合物に由来する構造を有する樹脂、および/または、アゾール化合物を含有することで、金属酸化物粒子の酸化劣化が抑制されることに加えて、さらに、電荷がアゾール化合物にトラップされることが抑制され、電位変動が抑制されるという効果が得られる。

40

【0034】

上記アゾール化合物は、ピラゾール、3-メチルピラゾール、4-メチルピラゾール、3,5-ジメチルピラゾール、3,5-ジイソプロピルピラゾール、イミダゾール、4-メチルイミダゾール、2-エチルイミダゾール、2-プロピルイミダゾール、2-エチル-4-メチルイミダゾール、2-イソプロピルイミダゾール、1,2,3-トリアゾール、1,2,4-トリアゾール(東京化成工業社製)、3,4-ジメチルピラゾール、2-メチルイミダゾール(シグマ・アルドリッチ社製)などを用いることができる。

【0035】

50

また、以下に詳述するが、アゾール化合物に由来する構造を有する樹脂としては、例えば、アゾール化合物でイソシアネート基がブロック化されたブロック化イソシアネート化合物を用いて得られる樹脂（ウレタン樹脂など）が挙げられる。

【0036】

〔金属酸化物粒子〕

下引き層に含有される金属酸化物粒子（酸素欠損部を有する金属酸化物粒子）としては、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化スズ、酸化ジルコニウム、酸化アルミニウムからなる群より選択される少なくとも1種の金属酸化物を含有する粒子であることが好ましい。上記金属酸化物を含有する粒子の中でも、酸化亜鉛を含有する粒子（酸化亜鉛粒子）がより好ましい。酸化亜鉛粒子は四面体配位であり、八面体配位の金属酸化物粒子と比べ、酸素が吸着するサイトの空間が広いと推察している。

10

【0037】

金属酸化物粒子は、支持体から感光層側への電荷注入による黒点状の画像欠陥を抑制するため、金属酸化物粒子の表面がシランカップリング剤などの表面処理剤で処理されている粒子であってもよい。シランカップリング剤としては、N-2-(アミノエチル)-3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、3-アミノプロピルメチルジエトキシシラン、(フェニルアミノメチル)メチルジメトキシシラン、N-2-(アミノエチル)-3-アミノイソブチルメチルジメトキシシラン、N-エチルアミノイソブチルメチルジエトキシシラン、N-メチルアミノプロピルメチルジメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、3-アミノプロピルトリエトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、3-クロロプロピルトリメトキシシラン、3-メルカプトプロピルトリメトキシシラン等が挙げられる。

20

【0038】

〔樹脂〕

下引き層に含有される樹脂としては、例えば、アクリル樹脂、アリル樹脂、アルキッド樹脂、エチルセルロース樹脂、エチレン-アクリル酸コポリマー、エポキシ樹脂、カゼイン樹脂、シリコーン樹脂、ゼラチン樹脂、フェノール樹脂、ウレタン樹脂、ブチラール樹脂、ポリアクリレート樹脂、ポリアセタール樹脂、ポリアミドイミド樹脂、ポリアミド樹脂、ポリアリルエーテル、ポリイミド樹脂、ポリエステル樹脂、ポリエチレン樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリスルホン樹脂、ポリビニルアルコール樹脂、ポリブタジエン樹脂、ポリプロピレン樹脂などが挙げられる。これらの中でも、高温高湿環境下での電位変動を抑制する観点から、吸湿性が低い、ウレタン樹脂を用いることが好ましい。

30

【0039】

下引き層に含有されるウレタン樹脂は、イソシアネート化合物またはブロック化イソシアネート化合物と、ポリオール樹脂との組成物の重合物からなる。

【0040】

ブロック化イソシアネート化合物としては、例えば、2,4-トリレンジイソシアネート、2,6-トリレンジイソシアネート、ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート、1-イソシアナト-3,3,5-トリメチル-5-イソシアナトメチルシクロヘキサン（イソフォレンジイソシアネート、IPDI）、ヘキサメチレンジイソシアネート（HDI）、HDI-トリメチロールプロパンアダクト体、HDI-イソシアヌレート体、HDI-ビウレット体などをブロック剤でブロックしたものが挙げられる。

40

【0041】

ブロック化イソシアネート化合物のブロック剤としては、ホルムアルデヒドオキシム、アセトアルドオキシム、メチルエチルケトオキシム、シクロヘキサノンオキシム、アセトンオキシム、メチルイソブチルケトオキシムなどのオキシム系化合物、メルドラム酸、マロン酸ジメチル、マロン酸ジエチル、マロン酸ジ*n*-ブチル、酢酸エチル、アセチルアセ

50

トンなどの活性メチレン系化合物、ジイソプロピルアミン、ジフェニルアニリン、アニリン、カルバゾールなどのアミン系化合物、エチレンイミン、ポリエチレンイミンなどのイミン系化合物、コハク酸イミド、マレイン酸イミドなどの酸イミド系化合物、マロネート、イミダゾール、ベンズイミダゾール、2-メチルイミダゾールなどのイミダゾール系化合物、1,2,3-トリアゾール、1,2,4-トリアゾール、4-アミノ-1,2,4-トリアゾール、ベンゾトリアゾールなどのトリアゾール系化合物、アセトアニリド、N-メチルアセトアミド、酢酸アミドなどの酸アミド系化合物、 ϵ -カプロラクタム、 ϵ -バレロラクタム、 ϵ -ブチロラクタムなどのラクタム系化合物、尿素、チオ尿素、エチレン尿素などの尿素系化合物、重亜硫酸ソーダなどの亜硫酸塩、ブチルメルカプタン、ドデシルメルカプタンなどのメルカプタン系化合物、フェノール、クレゾールなどのフェノール系化合物、ピラゾール、3,5-ジメチルピラゾール、3-メチルピラゾールなどのピラゾール系化合物、メタノール、エタノール、2-プロパノール、n-ブタノールなどのアルコール系化合物などが挙げられる。また、これらのブロック剤を1種または2種以上を組合せたブロック化イソシアネート化合物であってもよい。

【0042】

また、上記アゾール化合物に由来する構造を有する樹脂は、例えば、上記アゾール化合物でイソシアネート基がブロック化されたブロック化イソシアネート化合物と、ポリオール樹脂との組成物の重合により得られるウレタン樹脂が挙げられる。アゾール化合物でイソシアネート基がブロック化されたブロック化イソシアネート化合物には、住化バイエルンウレタン(株)製のデスモジュール B L 3 5 7 5 / 1、旭化成ケミカルズ社製のデュラネート S B N - 7 0 Dなどが挙げられる。

【0043】

ポリオール樹脂としては、ポリビニルアセタール樹脂、ポリフェノール樹脂などが挙げられる。本発明では、ポリビニルアセタール樹脂が好ましい。

【0044】

金属酸化物粒子と樹脂との含有比率は、金属酸化物粒子：樹脂が2：1～4：1(質量比)であることが好ましい。金属酸化物粒子と樹脂との質量比が2：1～4：1であると、繰り返し使用時の明部電位変動が抑制され、さらに、下引き層のクラックの発生が抑制される。

【0045】

本発明の電子写真感光体が有する感光層は、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とに分離した積層型(機能分離型)感光層であることが好ましい。さらに、電子写真特性の観点から、積層型感光層は、支持体側から電荷発生層、電荷輸送層の順に積層した順層型感光層であることが好ましい。

【0046】

図2の(a)および(b)は、本発明の電子写真感光体の層構成の一例を示す図である。図2の(a)および(b)中、101は支持体であり、102は下引き層であり、103は感光層であり、104は電荷発生層、105は電荷輸送層である。

【0047】

一般的な電子写真感光体として、円筒状支持体上に感光層(電荷発生層、電荷輸送層)を形成してなる円筒状の電子写真感光体が広く用いられるが、ベルト状、シート状などの形状とすることも可能である。

【0048】

〔支持体〕

支持体としては、導電性を有するもの(導電性支持体)が好ましく、例えば、アルミニウム、ステンレス、銅、ニッケル、亜鉛などの金属または合金製の支持体を用いることができる。アルミニウムやアルミニウム合金性の支持体の場合は、ED管、EI管や、これらを切削、電解複合研磨、湿式または乾式ホーニング処理したものをを用いることもできる。また、金属支持体、樹脂支持体上にアルミニウム、アルミニウム合金、または酸化インジウム-酸化スズ合金等の導電性材料の薄膜を形成したものを挙げられる。支持体の表面

には、切削処理、粗面化処理、アルマイト処理などを施してもよい。また、カーボンブラック、酸化スズ粒子、酸化チタン粒子、銀粒子のような導電性粒子を樹脂などに含浸した支持体や、導電性樹脂を有するプラスチックを用いることもできる。

【0049】

〔導電層〕

支持体と下引き層との間には、レーザー光の散乱による干渉縞の抑制や、支持体の傷の被覆などを目的として、導電層を設けてもよい。

【0050】

導電層は、カーボンブラック、金属粒子、金属酸化物粒子などの導電性粒子を樹脂および溶剤とともに分散して得られる導電層用塗布液を用いて形成される層である。

10

【0051】

導電層に用いられる樹脂としては、ポリエステル樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリビニルブチラル樹脂、アクリル樹脂、シリコン樹脂、エポキシ樹脂、メラミン樹脂、ウレタン樹脂、フェノール樹脂、アルキッド樹脂などが挙げられる。

【0052】

導電層用塗布液の溶剤としては、エーテル系溶剤、アルコール系溶剤、ケトン系溶剤、芳香族炭化水素溶剤などが挙げられる。導電層の膜厚は、5 μm 以上40 μm 以下であることが好ましく、10 μm 以上30 μm 以下であることがより好ましい。

【0053】

〔下引き層〕

20

支持体または導電層と感光層（電荷発生層、電荷輸送層）との間には、下引き層が設けられる。

【0054】

下引き層は、金属酸化物粒子、樹脂もしくはその原料、上記式（1）～（4）のいずれかで示されるアゾール化合物、および、溶剤を分散処理して得られる下引き層用塗布液の塗膜を形成し、この塗膜を加熱乾燥させることによって形成することができる。または、下引き層は、金属酸化物粒子、上記式（1）～（4）のいずれかで示されるアゾール化合物に由来する構造を有する樹脂もしくはその原料、および、溶剤を分散処理して得られる下引き層用塗布液の塗膜を形成し、この塗膜を加熱乾燥させることによって形成することができる。

30

【0055】

分散処理方法としては、ホモジナイザー、超音波分散機、ボールミル、サンドミル、ロールミル、振動ミル、アトライター、液衝突型高速分散機を用いた方法が挙げられる。

【0056】

下引き層用塗布液に用いられる溶剤としては、アルコール系溶剤、ケトン系溶剤、エーテル系溶剤、エステル系溶剤、ハロゲン化炭化水素系溶剤、および芳香族系溶剤などが挙げられる。

【0057】

また、下引き層には、下引き層の表面粗さの調整、または下引き層のひび割れ軽減などを目的として、有機樹脂粒子や、レベリング剤をさらに含有させてもよい。有機樹脂粒子としては、シリコン粒子等の疎水性有機樹脂粒子や、架橋型ポリメタクリレート樹脂（PMMA）粒子等の親水性有機樹脂粒子を用いることができる。

40

【0058】

下引き層には、各種添加物を含有させることができる。添加物としては、アルミニウム粉末および銅粉末等の金属、カーボンブラック等の導電性物質、キノン化合物、フルオレノン化合物、オキサジアゾール系化合物、ジフェノキノン化合物、アリザリン化合物、ベンゾフェノン化合物等の電子輸送性物質、多環縮合化合物、アゾ化合物等の電子輸送物質、金属キレート化合物、シランカップリング剤等の有機金属化合物等が挙げられる。

【0059】

下引き層用塗布液の塗膜の乾燥温度としては、110 以上190 以下が好ましく、

50

130 以上170 以下がより好ましい。また、乾燥時間は10分間以上120分間以下が好ましい。

【0060】

下引き層の膜厚は、上記導電層を設ける場合には、 $0.5\mu\text{m}$ 以上 $10\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $2\mu\text{m}$ 以上 $8\mu\text{m}$ 以下であることがより好ましい。上記導電層を設けない場合には、 $10\mu\text{m}$ 以上 $40\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $15\mu\text{m}$ 以上 $25\mu\text{m}$ 以下であることがより好ましい。

【0061】

下引き層上には、感光層（電荷発生層、電荷輸送層）が形成される。

【0062】

感光層が積層型感光層である場合、電荷発生層は、電荷発生物質を結着樹脂および溶剤とともに分散して得られる電荷発生層用塗布液の塗膜を形成し、この塗膜を乾燥させることによって形成することができる。また、電荷発生層は、電荷発生物質の蒸着膜としてもよい。

【0063】

電荷発生物質としては、アゾ顔料、フタロシアニン顔料、インジゴ顔料、ペリレン顔料、多環キノン顔料、スクワリリウム色素、チアピリリウム塩、トリフェニルメタン色素、キナクリドン顔料、アズレニウム塩顔料、シアニン染料、アントアントロン顔料、ピラントロン顔料、キサントン色素、キノンイミン色素、スチリル色素などが挙げられる。これら電荷発生物質は、1種のみ用いてもよく、2種以上用いてもよい。これらの中でも、感度の観点から、オキシチタニウムフタロシアニン、クロロガリウムフタロシアニン、ヒドロキシガリウムフタロシアニンが好ましい。さらに、ヒドロキシガリウムフタロシアニンの中でも、CuK 特性X線回折におけるブラッグ角 2θ の $7.4^\circ \pm 0.3^\circ$ および $28.2^\circ \pm 0.3^\circ$ に強いピークを有する結晶形のヒドロキシガリウムフタロシアニン結晶が好ましい。

【0064】

感光層が積層型感光層である場合、電荷発生層に用いられる結着樹脂としては、ポリカーボネート樹脂、ポリエステル樹脂、ブチラル樹脂、ポリビニルアセタール樹脂、アクリル樹脂、酢酸ビニル樹脂、尿素樹脂などが挙げられる。これらの中でも、ブチラル樹脂が好ましい。これらは、単独、混合または共重合体として、1種または2種以上用いることができる。

【0065】

分散方法としては、例えば、ホモジナイザー、超音波分散機、ボールミル、サンドミル、ロールミル、アトライターを用いた方法が挙げられる。

【0066】

電荷発生層における電荷発生物質と結着樹脂との割合は、結着樹脂1質量部に対して電荷発生物質が0.3質量部以上10質量部以下であることが好ましい。

【0067】

電荷発生層用塗布液に用いられる溶剤としては、アルコール系溶剤、スルホキシド系溶剤、ケトン系溶剤、エーテル系溶剤、エステル系溶剤または芳香族炭化水素溶剤などが挙げられる。電荷発生層の膜厚は、 $0.01\mu\text{m}$ 以上 $5\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $2\mu\text{m}$ 以下であることがより好ましい。

【0068】

また、電荷発生層には、種々の増感剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、可塑剤などを必要に応じて添加することもできる。

【0069】

感光層が積層型感光層である場合、電荷発生層上には、電荷輸送層が形成される。

【0070】

電荷輸送層は、電荷輸送物質と結着樹脂を溶剤に溶解させて得られる電荷輸送層用塗布液の塗膜を形成し、この塗膜を乾燥させることによって形成することができる。

【0071】

電荷輸送物質としては、トリアリールアミン化合物、ヒドラゾン化合物、スチリル化合物、スチルベン化合物、ブタジエン化合物などが挙げられる。これら電荷輸送物質は、1種のみ用いてもよく、2種以上用いてもよい。これら電荷輸送物質の中でも、電荷の移動度の観点から、トリアリールアミン化合物が好ましい。

【0072】

感光層が積層型感光層である場合、電荷輸送層に用いられる結着樹脂としては、アクリル樹脂、アクリロニトリル樹脂、アリル樹脂、アルキッド樹脂、エポキシ樹脂、シリコン樹脂、フェノール樹脂、フェノキシ樹脂、ポリアクリルアミド樹脂、ポリアミドイミド樹脂、ポリアミド樹脂、ポリアリルエーテル樹脂、ポリアリレート樹脂、ポリイミド樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、ポリエチレン樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリスルホン樹脂、ポリフェニレンオキシド樹脂、ポリブタジエン樹脂、ポリプロピレン樹脂、メタクリル樹脂などが挙げられる。これらの中でも、ポリアリレート樹脂、ポリカーボネート樹脂が好ましい。これらは、単独、混合または共重合体として、1種または2種以上用いることができる。

10

【0073】

電荷輸送層用塗布液に用いられる溶剤としては、アルコール系溶剤、スルホキシド系溶剤、ケトン系溶剤、エーテル系溶剤、エステル系溶剤または芳香族炭化水素溶剤などが挙げられる。

【0074】

20

電荷輸送層における電荷輸送物質と結着樹脂との割合は、結着樹脂1質量部に対して電荷輸送物質が0.3質量部以上10質量部以下であることが好ましい。

【0075】

また、電荷輸送層のクラックを抑制する観点から、電荷輸送層用塗布液の塗膜の乾燥温度は60以上150以下が好ましく、80以上120以下がより好ましい。また、乾燥時間は10分間以上60分間以下が好ましい。

【0076】

電荷輸送層が1層である場合、その電荷輸送層の膜厚は、5 μ m以上40 μ m以下であることが好ましく、8 μ m以上30 μ m以下であることがより好ましい。電荷輸送層を積層構成とした場合、支持体側の電荷輸送層の膜厚は、5 μ m以上30 μ m以下であることが好ましく、表面側の電荷輸送層の膜厚は、1 μ m以上10 μ m以下であることが好ましい。

30

【0077】

電荷輸送層には、酸化防止剤、紫外線吸収剤、可塑剤などを必要に応じて添加することもできる。

【0078】

また、本発明においては、感光層（電荷輸送層）上に、該感光層を保護し、耐摩耗性やクリーニング性の向上などを目的として、保護層（第2電荷輸送層）を形成してもよい。

【0079】

保護層は、樹脂を有機溶剤によって溶解させて得られる保護層用塗布液の塗膜を形成し、該塗膜を乾燥させることによって形成することができる。

40

【0080】

保護層に用いられる樹脂としては、ポリビニルブチラール樹脂、ポリエステル樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリアミド樹脂、ポリイミド樹脂、ポリアリレート樹脂、ポリウレタン樹脂、スチレン-ブタジエンコポリマー、スチレン-アクリル酸コポリマー、スチレン-アクリロニトリルコポリマーなどが挙げられる。

【0081】

また、保護層に電荷輸送能を持たせるために、電荷輸送能を有するモノマー材料や高分子型の電荷輸送物質を種々の架橋または重合反応を用いて硬化（重合）させることによって保護層を形成してもよい。好ましくは、連鎖重合性官能基を有する電荷輸送性化合物を

50

重合または架橋させることによって硬化させた層を形成することである。連鎖重合性官能基としては、アクリル基、メタクリル基、アルコキシシリル基、エポキシ基などが挙げられる。硬化させる反応としては、例えば、ラジカル重合、イオン重合、熱重合、光重合、放射線重合（電子線重合）、プラズマCVD法、光CVD法などが挙げられる。

【0082】

保護層の膜厚は0.5 μm以上20 μm以下であることが好ましく、1 μm以上10 μm以下であることが好ましい。

【0083】

また、電子写真感光体の最表面層（電荷輸送層または保護層）には、導電性粒子、紫外線吸収剤、耐摩耗性改良剤などを必要に応じて添加することもできる。導電性粒子としては、酸化スズ粒子などの金属酸化物が好ましい。耐摩耗性改良剤としては、ポリテトラフルオロエチレン粒子などのフッ素原子含有樹脂粒子、アルミナ、シリカなどが挙げられる。

10

【0084】

上記各層の塗布液を塗布する際には、例えば、浸漬塗布法（浸漬コーティング法）、スプレーコーティング法、スピンナーコーティング法、ローラーコーティング法、マイヤーバーコーティング法、ブレードコーティング法などの塗布方法を用いることができる。

【0085】

〔電子写真装置〕

図1に電子写真感光体を有するプロセスカートリッジを備えた電子写真装置の概略構成を示す。

20

【0086】

図1において、円筒状の電子写真感光体1は、軸2を中心に矢印方向に所定の周速度（プロセススピード）をもって回転駆動される。回転駆動される電子写真感光体1の表面は、回転過程において、帯電手段3（一次帯電手段：帯電ローラーなど）により、正または負の所定電位の均一に帯電される。次いで、原稿からの反射光であるスリット露光やレーザービーム走査露光などの露光手段（不図示）から出力される目的の画像情報の時系列電気デジタル画像信号に対応して強度変調された露光光4を受ける。こうして電子写真感光体1の表面に対し、目的の画像情報に対応した静電潜像が順次形成されていく。

【0087】

30

電子写真感光体1の表面に形成された静電潜像は、次いで現像手段5内の現像剤に含まれる荷電粒子（トナー）で正規現像または反転現像により現像されてトナー像となる。次いで、電子写真感光体1の表面に形成担持されているトナー像が、転写手段6（転写ローラーなど）からの転写バイアスによって、転写材（紙など）Pに順次転写されていく。ここで、転写材Pは、転写材供給手段（不図示）から電子写真感光体1の回転と同期して取り出されて、電子写真感光体1と転写手段6との間（当接部）に給送される。また、転写手段6には、バイアス電源（不図示）からトナーの保有電荷とは逆極性のバイアス電圧が印加される。

【0088】

トナー像の転写を受けた転写材Pは、電子写真感光体1の表面から分離されて定着手段8へ搬送されてトナー像の定着処理を受けることにより画像形成物（プリント、コピー）として装置外へプリントアウトされる。転写材Pが中間転写体などの場合は、複数回の転写工程の後に定着処理を受けてプリントアウトされる。

40

【0089】

トナー像転写後の電子写真感光体1の表面は、クリーニング手段7（クリーニングブレードなど）によって転写残りの現像剤（転写残トナー）などの付着物の除去を受けて清浄面化される。クリーナレスシステムである場合は、転写残トナーを直接、現像手段などで回収することもできる。さらに、電子写真感光体1の表面は、前露光手段（不図示）からの前露光光（不図示）により除電処理された後、繰り返し画像形成に使用される。なお、図1に示すように、帯電手段3が帯電ローラーなどを用いた接触帯電手段である場合は、

50

前露光は必ずしも必要ではない。

【0090】

本発明においては、上述の電子写真感光体1、帯電手段3、現像手段5およびクリーニング手段7などの構成要素のうち、複数のものを容器に納めてプロセスカートリッジとして一体に結合して構成してもよい。そして、このプロセスカートリッジを、複写機やレーザービームプリンターなどの電子写真装置本体に対して着脱自在に構成してもよい。例えば、帯電手段3、現像手段5およびクリーニング手段7の少なくとも1つを電子写真感光体1とともに一体に支持してカートリッジ化して、装置本体のレールなどの案内手段10を用いて装置本体に着脱自在なプロセスカートリッジ9とすることができる。

【0091】

露光光4は、電子写真装置が複写機やプリンターである場合には、原稿からの反射光や透過光である。あるいは、露光光4は、センサーで原稿を読み取り、信号化し、この信号にしたがって行われるレーザービームの走査、LEDアレイの駆動または液晶シャッターアレイの駆動などにより照射される光である。

【実施例】

【0092】

以下に、具体的な実施例を挙げて本発明を詳細に説明する。ただし、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、実施例中の「部」は「質量部」を意味する。また、使用した酸化亜鉛粒子、酸化チタン粒子および酸化スズ粒子は酸素欠損部を有するものである。

【0093】

(実施例1)

支持体(導電性支持体)として、直径30mm、長さ357.5mmのアルミニウムシリンドーを用いた。

【0094】

次に、金属酸化物粒子として酸化亜鉛粒子(比表面積: $19 \text{ m}^2/\text{g}$ 、粉体抵抗: $4.7 \times 10^6 \cdot \text{cm}$)100部をトルエン500部と攪拌混合した。これにシランカップリング剤(化合物名: N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、商品名: KBM603、信越化学工業(株)製)1.5部を添加し、6時間攪拌した。その後、トルエンを減圧留去して、140℃で6時間加熱乾燥し、表面処理された酸化亜鉛粒子を得た。

【0095】

次に、ポリオール樹脂としてブチラール樹脂(商品名: BM-1、積水化学工業(株)製)15部および上記式(1-1)で示される化合物でイソシアネート基がブロック化されたブロック化イソシアネート化合物(商品名: デスモジュール BL3575/1、住化バイエルンウレタン(株)製)15部をメチルエチルケトン73.5部と1-ブタノール73.5部の混合溶液に溶解させた。この溶液に前記表面処理された酸化亜鉛粒子81部、アリザリン(東京化成工業(株)製)0.8部を加え、これを直径0.8mmのガラスビーズを用いたサンドミル装置で 23 ± 3 雰囲気下で3時間分散した。分散後、シリコーンオイル(商品名: SH28PA、東レ・ダウコーニング(株)製)0.01部、有機樹脂粒子として架橋性ポリメタクリル酸メチル樹脂(PMMA)粒子(商品名: TEPOLYMER SSX-102、積水化成品工業(株)社製、平均一次粒径 $2.5 \mu\text{m}$)を5.6部加えて攪拌し、下引き層用塗布液を調製した。この下引き層用塗布液を上記支持体上に浸漬塗布し、得られた塗膜を30分間 145°C で乾燥させることによって、膜厚が $20 \mu\text{m}$ の下引き層を形成した。

【0096】

次に、CuK α 特性X線回折におけるブラッグ角 $2\theta \pm 0.2^\circ$ の 7.4° および 28.1° に強いピークを有する結晶形のヒドロキシガリウムフタロシアニン結晶(電荷発生物

質)4部、および下記構造式(A)で示される化合物0.04部を、シクロヘキサノン1

10

20

30

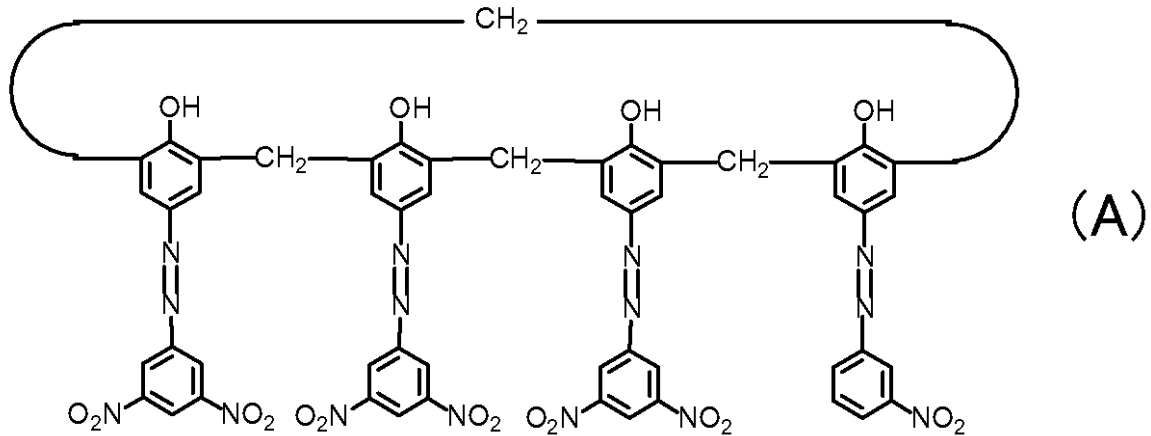
40

50

00部にポリビニルブチラル樹脂（商品名：エスレックBX-1、積水化学工業（株）製）2部を溶解させた液に加えた。これを、直径1mmのガラスビーズを用いたサンドミル装置で 23 ± 3 の雰囲気下で1時間分散した。分散後、酢酸エチル100部を加えることによって、電荷発生層用塗布液を調製した。この電荷発生層用塗布液を上記下引き層上に浸漬塗布し、得られた塗膜を10分間90で乾燥させることによって、膜厚が0.20 μm の電荷発生層を形成した。

【0097】

【化7】

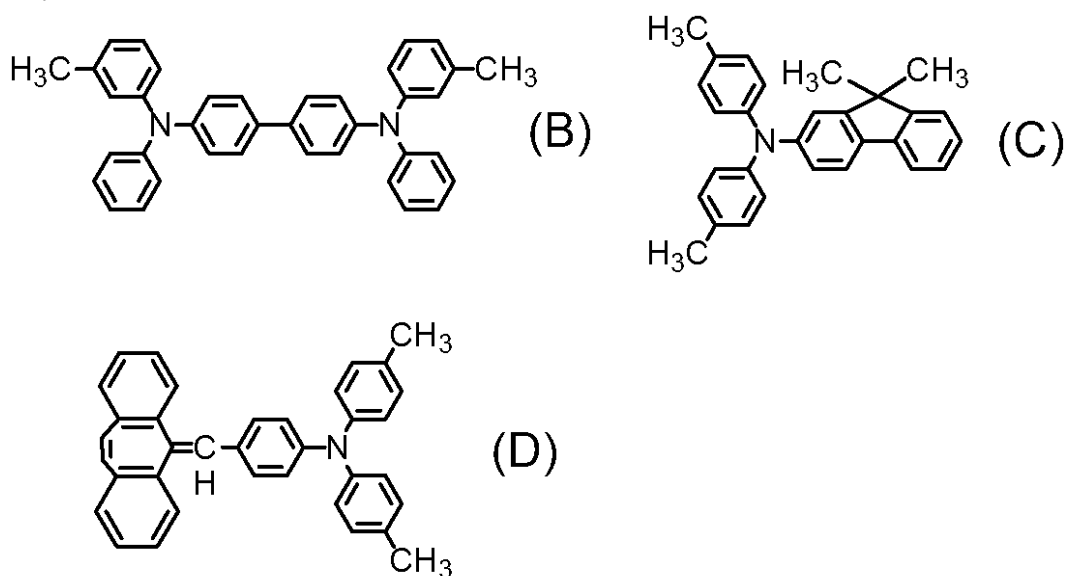


【0098】

次に、下記構造式（B）で示される化合物30部（電荷輸送物質）、下記構造式（C）で示される化合物60部（電荷輸送物質）、下記構造式（D）で示される化合物10部、ポリカーボネート樹脂（商品名：ユーピロンZ400、三菱エンジニアリングプラスチックス（株）製、ビスフェノールZ型のポリカーボネート）100部、下記構造式（E）で示される構造単位を有するポリカーボネート（粘度平均分子量 M_v ：20000）0.02部を、混合キシレン600部およびジメトキシメタン200部の混合溶剤に溶解させることによって、電荷輸送層用塗布液を調製した。この電荷輸送層用塗布液を前記電荷発生層上に浸漬塗布して塗膜を形成し、得られた塗膜を30分間100で乾燥させることによって、膜厚21 μm の電荷輸送層を形成した。

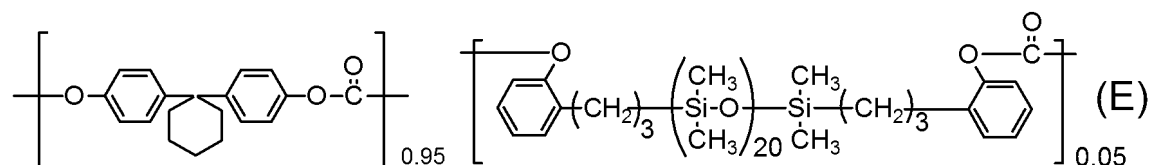
【0099】

【化8】



【0100】

【化 9】



【 0 1 0 1】

次に、下記式（F）で示される化合物（連鎖重合性官能基であるアクリル基を有する電荷輸送物質）36部、ポリテトラフルオロエチレン樹脂微粉末（ルプロンL-2、ダイキン工業（株）製）4部をn-プロピルアルコール60部に混合した後に超高压分散機にて分散混合することによって、保護層用塗布液（第二電荷輸送層用塗布液）を調整した。

10

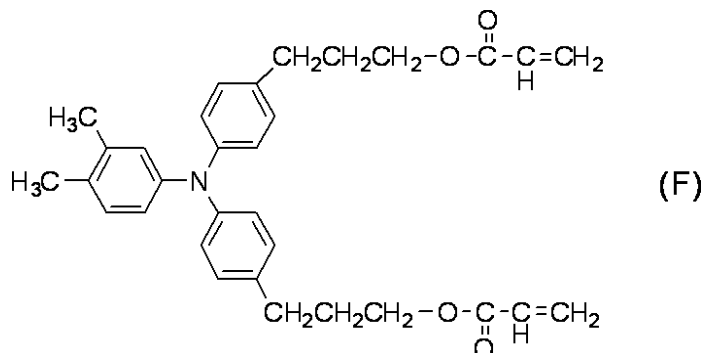
【 0 1 0 2】

この保護層用塗布液を上記電荷輸送層上に浸漬塗布し、得られた塗膜を5分間50℃で乾燥させた。乾燥後、窒素雰囲気下にて、加速電圧70kV、吸収線量8000Gyの条件で1.6秒間、シリンダーを回転させながら電子線を塗膜に照射し、塗膜を硬化させた。その後、窒素雰囲気下にて、塗膜が130℃になる条件で3分間加熱処理を行った。なお、電子線の照射から3分間の加熱処理までの酸素濃度は20ppmであった。次に、大気中において、塗膜が100℃になる条件で30分加熱処理を行い、膜厚が5μmである保護層（第二電荷輸送層）を形成した。

【 0 1 0 3】

20

【化 1 0】



30

【 0 1 0 4】

このようにして、支持体上に、下引き層、電荷発生層、電荷輸送層および保護層を有する電子写真感光体を製造した。これを明部電位変動の評価用の電子写真感光体とした。また、上記と同様にしてもう1つ電子写真感光体とし、測定用の電子写真感光体とした。

【 0 1 0 5】

測定用の電子写真感光体を用い、以下のヘッドスペース測定方法で、下引き層中のアゾール化合物の検出量（A）を算出した。下引き層における金属酸化物粒子の含有量（B（g/cm³））は、以下のように熱重量測定装置を用いて算出した。

【 0 1 0 6】

（ヘッドスペース測定法）

40

測定用の電子写真感光体をキヤノン（株）製ドラム・テープ研磨装置にてラッピングテープ（C2000：富士写真フィルム（株）製）を用いて、電子写真感光体の表面を観察しながら電荷輸送層および電荷発生層を剥離した。なお、FTIR測定方法の中のATR法（全反射法）によって電荷輸送層および電荷発生層の成分が観測されないことを確認した。次に、電荷輸送層および電荷発生層を剥離した電子写真感光体から測定部分を1cm（電子写真感光体の周方向）×4cm（電子写真感光体の長軸方向）に切り出し、ヘッドスペース用バイアルに入れ、その後、バイアルをセプタムを用いてシールした。シールしたヘッドスペース用バイアルを150～60分間加熱し、気化したアゾール化合物をGC/MSを用いて下記条件で測定し、得られた全イオンクロマトグラムにおいてアゾール化合物が検出されるピーク面積を求めた。次にヘッドスペース法で検出されたアゾール化合

50

物を検量線用基準物質として検量線を作成し、先のピーク面積からアゾール化合物の検出量 ($A \text{ (g/cm}^3\text{)})$ を算出した。

【0107】

<条件>

(前処理条件)

ヘッドスペースサンプラー; Turbo Matrix HS40

(サーモフィッシャーサイエンティフィック社製)

抽出条件; 150 × 60分。

【0108】

(GC/MS 測定条件)

GC; TRACE GC ULTRA

MS; JEOL AX-500

分離カラム; HP-5MS (60m × 0.25mm ID、Df = 0.25 μm)

カラム温度; 40 で3分間保持したのち、2 /minの昇温速度で70 まで加熱した。さらに、5 /minの昇温速度で150 まで加熱し、10 /minの昇温速度で300 まで加熱した。その後300 で1分間ホールドした。

イオン室温度; 250

GC/MS インターフェース温度; 250

キャリアガス; He 150 KPa

イオン化モード; EI、70 eV

スキャン範囲; 質量数 $m/z = 40 \sim 460$

注入方式; スプリット (スプリットフロー 10 mL/min、カラム流量 1 mL)

。

【0109】

(金属酸化物粒子の含有量の測定方法)

上述の電荷輸送層および電荷発生層を剥離した電子写真感光体から測定部分を1 cm × 1 cmに切り出して、下引き層をはがし取り、示差熱重量同時測定装置(セイコーインスツルメント社製: TG/DTA 220U)に入れた。これを窒素雰囲気下において昇温速度20 /分で、常温(23 ± 3)から600 まで加熱した後、30分間保持した。保持後の残存重量(金属酸化物の質量)を求め、残存重量を下引き層の体積(測定部分の面積 × 下引き層の膜厚)で割ることにより、単位体積当たりの金属酸化物粒子の含有量 ($B \text{ (g/cm}^3\text{)})$ とした。算出した下引き層中のA、Bから、A/Bを求めた。その結果を表1に示す。

【0110】

(実施例2)

実施例1において、下引き層用塗布液中のアリザリン(東京化成工業(株)製)0.81部を2, 3, 4-トリヒドロキシベンゾフェノン(東京化成工業(株)製)0.41部に変更した以外は実施例1と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例1と同様にして下引き層中のA/Bを求めた。その結果を表1に示す。

【0111】

(実施例3~5)

実施例2において、乾燥条件を表1に示した条件となるように変更したこと以外は、実施例2と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例2と同様にして下引き層中のA/Bを求めた。その結果を表1に示す。

【0112】

(実施例6)

実施例2において、下引き層用塗布液中にジオクチルスズジラウレート0.007部を添加し、乾燥条件を表1に示した条件となるように変更したこと以外は実施例2と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例2と同様にして下引き層中のA/Bを求めた。その結果を表1に示す。

【 0 1 1 3 】

(実施例 7)

実施例 2 において、下引き層用塗布液中にアルミニウム有機化合物（化合物名：アルミニウムエチルアセトアセテート・ジイソプロピレート、商品名：ALCH、川研ファインケミカル（株）製）0.15部を添加し、乾燥条件を表1に示した条件となるように変更したこと以外は実施例2と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例2と同様にして下引き層中のA/Bを求めた。その結果を表1に示す。

【 0 1 1 4 】

(実施例 8)

実施例 2 において、下引き層用塗布液中にアルミニウム有機化合物（化合物名：アルミニウムトリスエチルアセトアセテート、商品名：ALCH-TR、川研ファインケミカル（株）製）0.15部を添加し、乾燥条件を表1に示した条件となるように変更したこと以外は実施例2と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例2と同様にして下引き層中のA/Bを求めた。その結果を表1に示す。

10

【 0 1 1 5 】

(実施例 9)

実施例 2 において、下引き層用塗布液中にアルミニウム有機化合物（化合物名：アルミニウムトリスアセチルアセトネート、商品名：アルミキレートA(W)、川研ファインケミカル（株）製）0.15部を添加し、乾燥条件を表1に示した条件となるように変更したこと以外は実施例2と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例2と同様にして下引き層中のA/Bを求めた。その結果を表1に示す。

20

【 0 1 1 6 】

(実施例 1 0)

実施例 1 において下引き層用塗布液の調製を下記に示すようにした以外は実施例1と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例1と同様にして下引き層中のA/Bを求めた。その結果を表1に示す。

【 0 1 1 7 】

酸化亜鉛粒子（比表面積： $19\text{ m}^2/\text{g}$ 、粉体抵抗： $4.7 \times 10^6 \cdot \text{cm}$ ）100部をトルエン500部と攪拌混合した。これにシランカップリング剤「KBM603」1.5部を添加し、6時間攪拌した。その後、トルエンを減圧留去して、140で6時間加熱乾燥し、表面処理された酸化亜鉛粒子を得た。

30

【 0 1 1 8 】

次に、ポリオール樹脂としてブチラール樹脂「BM-1」15部およびブロック化イソシアネート化合物（商品名：スミジュールBL3175、住化バイエルンウレタン（株）製、オキシム化合物でイソシアネート基がブロック化されたもの）15部をメチルエチルケトン73.5部と1-ブタノール73.5部の混合溶液に溶解させた。この溶液に前記表面処理された酸化亜鉛粒子81部、上記式（1-1）で示される化合物10.9部、2,3,4-トリヒドロキシベンゾフェノン0.41部を加え、これを直径0.8mmのガラスビーズを用いたサンドミル装置で 23 ± 3 雰囲気下で3時間分散した。分散後、シリコンオイル「SH28PA」0.01部、架橋性ポリメタクリル酸メチル樹脂（PMMA）粒子「TECHPOLYMER SSX-102」（平均一次粒径 $2.5\text{ }\mu\text{m}$ ）を5.6部加えて攪拌し、下引き層用塗布液を得た。この下引き層用塗布液を上記支持体上に浸漬塗布し、得られた塗膜を30分間145で乾燥させることによって、膜厚が $20\text{ }\mu\text{m}$ の下引き層を形成した。

40

【 0 1 1 9 】

(実施例 1 1 ~ 2 2)

実施例 1 0 において、アゾール化合物の種類と含有量を表2で示す例示化合物に変更し、かつ、下引き層の乾燥条件を表1に示した条件となるように変更したこと以外は、実施例10と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例10と同様にして下引き層中のA/Bを求めた。その結果を表1に示す。

50

【 0 1 2 0 】

(実施例 2 3)

実施例 1 において下引き層用塗布液の調製を下記に示すようにした以外は実施例 1 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 1 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 1 に示す。

【 0 1 2 1 】

酸化亜鉛粒子 (比表面積 : $18 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、粉体抵抗 : $4.0 \times 10^6 \cdot \text{cm}$) 100 部をトルエン 500 部と攪拌混合した。これにシランカップリング剤シランカップリング剤「KBM603」1.5 部を添加し、6 時間攪拌した。その後、トルエンを減圧留去して、140 で 6 時間加熱乾燥し、表面処理された酸化亜鉛粒子を得た。

10

【 0 1 2 2 】

次に、前記表面処理された酸化亜鉛粒子 81 部、レゾール型フェノール樹脂 (DIC (株) (株) 製、商品名 : プライオーフェン J 325、アンモニア触媒、固形分 70%) 30 部、上記式 (1 - 1) で示される化合物 10.9 部、アリザリン (東京化成工業 (株) 製) 0.81 部、メチルエチルケトン 73.5 部と 1 - ブタノール 73.5 部を加え、これを直径 0.8 mm のガラスビーズを用いたサンドミル装置で 23 ± 3 雰囲気下で 3 時間分散した。分散後、シリコンオイル「SH28PA」0.01 部、架橋性ポリメタクリル酸メチル樹脂 (PMMA) 粒子「TECHPOLYMER SSX - 102」(平均一次粒径 $2.5 \mu\text{m}$) を 5.6 部加えて攪拌し、下引き層用塗布液を得た。この下引き層用塗布液を上記支持体上に浸漬塗布し、得られた塗膜を 30 分間 145 で乾燥させることによって、膜厚が $20 \mu\text{m}$ の下引き層を形成した。その結果を表 1 に示す。

20

【 0 1 2 3 】

(実施例 2 4 ~ 2 5)

実施例 2 3 において、下引き層の乾燥条件を表 1 に示すように変更した以外は、実施例 2 3 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 2 3 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 1 に示す。

【 0 1 2 4 】

(実施例 2 6)

実施例 1 において下引き層用塗布液の調製を下記に示すようにした以外は実施例 1 と同様にして電子写真感光体を作製した。また、実施例 1 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 1 に示す。

30

【 0 1 2 5 】

酸化亜鉛粒子 (比表面積 : $18 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、粉体抵抗 : $4.0 \times 10^6 \cdot \text{cm}$) 100 部をトルエン 500 部と攪拌混合した。これにシランカップリング剤「KBM603」1.5 部を添加し、6 時間攪拌した。その後、トルエンを減圧留去して、140 で 6 時間加熱乾燥し、表面処理された酸化亜鉛粒子を得た。

【 0 1 2 6 】

次に、前記表面処理された酸化亜鉛粒子 81 部、N - メトキシメチル化 6 ナイロン樹脂 (ナガセケムテックス (株) 製、商品名 : トレジン EF - 30T) 30 部、上記式 (1 - 1) で示される化合物 10.9 部、2,3,4 - トリヒドロキシベンゾフェノン 0.41 部、メチルエチルケトン 73.5 部と 1 - ブタノール 73.5 部を加え、これを直径 0.8 mm のガラスビーズを用いたサンドミル装置で 23 ± 3 雰囲気下で 3 時間分散した。分散後、シリコンオイル「SH28PA」0.01 部、架橋性ポリメタクリル酸メチル樹脂 (PMMA) 粒子「TECHPOLYMER SSX - 102」(平均一次粒径 $2.5 \mu\text{m}$) を 5.6 部加えて攪拌し、下引き層用塗布液を得た。この下引き層用塗布液を上記支持体上に浸漬塗布し、得られた塗膜を 30 分間 145 で乾燥させることによって、膜厚が $3.0 \mu\text{m}$ の下引き層を形成した。

40

【 0 1 2 7 】

(実施例 2 7)

実施例 1 において下引き層用塗布液の調製を下記に示すようにした以外は実施例 1 と同

50

様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 1 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 1 に示す。

【 0 1 2 8 】

酸化亜鉛粒子（比表面積： $18 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、粉体抵抗： $4.0 \times 10^6 \cdot \text{cm}$ ）100部をトルエン500部と攪拌混合した。これにシランカップリング剤「KBM603」1.5部を添加し、6時間攪拌した。その後、トルエンを減圧留去して、140 で6時間加熱乾燥し、表面処理された酸化亜鉛粒子を得た。

【 0 1 2 9 】

次に、前記表面処理された酸化亜鉛粒子90部、アルキッド樹脂（ベッコライトM6401-50-S、DIC（株）製）18部、メラミン樹脂（スーパーベッカミンL-145-60、DIC（株）製）10部、上記式（1-1）で示される化合物10.9部、2,3,4-トリヒドロキシベンゾフェノン0.41部メチルエチルケトン72部を加え、これを直径0.8mmのガラスビーズを用いたサンドミル装置で 23 ± 3 雰囲気下で3時間分散した。分散後、シリコンオイル「SH28PA」0.01部、架橋性ポリメタクリル酸メチル樹脂（PMMA）粒子「TECHPOLYMER SSX-102」（平均一次粒径 $2.5 \mu\text{m}$ ）を5.6部加えて攪拌し、下引き層用塗布液を得た。この下引き層用塗布液を上記支持体上に浸漬塗布し、得られた塗膜を30分間145 で乾燥させることによって、膜厚が $3.0 \mu\text{m}$ の下引き層を形成した。

【 0 1 3 0 】

（実施例 28、31）

実施例 23 において、アゾール化合物を表 1 に示すように変更した以外は、実施例 23 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 23 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 1 に示す。

【 0 1 3 1 】

（実施例 29、32）

実施例 26 において、アゾール化合物を表 1 に示すように変更した以外は、実施例 23 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 26 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 1 に示す。

【 0 1 3 2 】

（実施例 30、33）

実施例 27 において、アゾール化合物を表 1 に示すように変更した以外は、実施例 27 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 27 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 1 に示す。

【 0 1 3 3 】

（実施例 34）

実施例 1 において下引き層用塗布液の調製を下記に示すようにした以外は実施例 1 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 1 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 1 に示す。

【 0 1 3 4 】

ポリオール樹脂としてブチラール樹脂「BM-1」15部および上記式（1-1）で示される化合物でイソシアネート基がブロック化されたブロック化イソシアネート化合物「デスモジュール BL3575/1」15部をメチルエチルケトン73.5部と1-ブタノール73.5部の混合溶液に溶解させた。この溶液に酸化チタン粒子（比表面積： $21 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、粉体抵抗： $6.0 \times 10^5 \cdot \text{cm}$ ）81部、アリザリン0.81部を加え、これを直径0.8mmのガラスビーズを用いたサンドミル装置で 23 ± 3 雰囲気下で3時間分散した。分散後、シリコンオイル「SH28PA」0.01部、PMMA粒子「TECHPOLYMER SSX-102」（平均一次粒径 $2.5 \mu\text{m}$ ）を5.6部加えて攪拌し、下引き層用塗布液を調製した。この下引き層用塗布液を上記支持体上に浸漬塗布し、得られた塗膜を30分間145 で乾燥させることによって、膜厚が $20 \mu\text{m}$ の下引き層を形成した。

【 0 1 3 5 】

(実施例 3 5 ~ 3 6)

実施例 3 4 において、乾燥条件を表 1 に示した条件となるように変更したこと以外は、実施例 3 4 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 1 に示す。

【 0 1 3 6 】

(実施例 3 7)

実施例 1 において下引き層用塗布液の調製を下記に示すようにした以外は実施例 1 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 1 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 1 に示す。

10

【 0 1 3 7 】

ポリオール樹脂としてブチラル樹脂「BM - 1」15 部および上記式 (1 - 1) で示される化合物でイソシアネート基がブロック化されたブロック化イソシアネート化合物「デスモジュール BL 3 5 7 5 / 1」15 部をメチルエチルケトン 7 3 . 5 部と 1 - ブタノール 7 3 . 5 部の混合溶液に溶解させた。この溶液に酸化スズ粒子 (比表面積 : $40 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、粉体抵抗 : $1.0 \times 10^9 \cdot \text{cm}$) 8 1 部、アリザリン 0 . 8 1 部を加え、これを直径 0 . 8 mm のガラスビーズを用いたサンドミル装置で 23 ± 3 雰囲気下で 3 時間分散した。分散後、シリコンオイル「SH 2 8 P A」0 . 0 1 部、PMMA「TECH POLYMER SSX - 1 0 2」(平均一次粒径 $2.5 \mu\text{m}$) を 5 . 6 部加えて攪拌し、下引き層用塗布液を調製した。この下引き層用塗布液を上記支持体上に浸漬塗布し、得られた塗膜を 3 0 分間 1 4 5 で乾燥させることによって、膜厚が $20 \mu\text{m}$ の下引き層を形成した。

20

【 0 1 3 8 】

(実施例 3 8 ~ 3 9)

実施例 3 7 において、乾燥条件を表 1 に示した条件となるように変更したこと以外は、実施例 3 7 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 3 7 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 1 に示す。

【 0 1 3 9 】

(実施例 4 0)

実施例 1 において下引き層用塗布液の調製を下記に示すようにした以外は実施例 1 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 1 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 1 に示す。

30

【 0 1 4 0 】

ポリオール樹脂としてブチラル樹脂「BM - 1」15 部およびブロック化イソシアネート化合物「スミジュール BL 3 1 7 5」15 部をメチルエチルケトン 7 3 . 5 部と 1 - ブタノール 7 3 . 5 部の混合溶液に溶解させた。この溶液に酸化チタン粒子 (比表面積 : $21 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、粉体抵抗 : $6.0 \times 10^5 \cdot \text{cm}$) 8 1 部、アリザリン 0 . 8 1 部、上記式 (1 - 1) で表わされる化合物 1 0 . 9 部を加え、これを直径 0 . 8 mm のガラスビーズを用いたサンドミル装置で 23 ± 3 雰囲気下で 3 時間分散した。分散後、シリコンオイル「SH 2 8 P A」0 . 0 1 部、PMMA 粒子「TECH POLYMER SSX - 1 0 2」(平均一次粒径 $2.5 \mu\text{m}$) を 5 . 6 部加えて攪拌し、下引き層用塗布液を調製した。この下引き層用塗布液を上記支持体上に浸漬塗布し、得られた塗膜を 3 0 分間 1 4 5 で乾燥させることによって、膜厚が $20 \mu\text{m}$ の下引き層を形成した。

40

【 0 1 4 1 】

(実施例 4 1 ~ 5 1)

実施例 4 0 において、下引き層用塗布液に含有させるアゾール化合物の種類と含有量を表 1 に示すように変更し、かつ、下引き層の乾燥条件を表 1 に示した条件となるように変更した以外は、実施例 4 0 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 4 0 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 1 に示す。

【 0 1 4 2 】

50

(実施例 5 2)

実施例 1 において下引き層用塗布液の調製を下記に示すようにした以外は実施例 1 と同様に電子写真感光体を製造した。また、実施例 1 と同様に下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 1 に示す。

【0143】

ポリオール樹脂としてブチラル樹脂「BM-1」15部およびブロック化イソシアネート化合物「スミジュール BL3175」15部をメチルエチルケトン73.5部と1-ブタノール73.5部の混合溶液に溶解させた。この溶液に酸化スズ粒子(比表面積： $40\text{ m}^2/\text{g}$ 、粉体抵抗： $1.0 \times 10^9 \cdot \text{cm}$)81部、アリザリン0.81部、上記式(1-1)で示される化合物10.9部を加え、これを直径0.8mmのガラスビーズを用いたサンドミル装置で 23 ± 3 雰囲気下で3時間分散した。分散後、シリコンオイル「SH28PA」0.01部、有機樹脂粒子としてPMMA粒子「TECHPOLYMER SSX-102」(平均一次粒径 $2.5 \mu\text{m}$)を5.6部加えて攪拌し、下引き層用塗布液を調製した。この下引き層用塗布液を上記支持体上に浸漬塗布し、得られた塗膜を30分間145 で乾燥させることによって、膜厚が $20 \mu\text{m}$ の下引き層を形成した。

10

【0144】

(実施例 5 3 ~ 6 3)

実施例 5 2 において、下引き層用塗布液に含有させるアゾール化合物の種類と含有量を表 1 に示すように変更し、かつ、下引き層の乾燥条件を表 1 に示した条件となるように変更したこと以外は、実施例 5 2 と同様に電子写真感光体を製造した。また、実施例 5 2 と同様に下引き層中の A / B を求めた。

20

【0145】

(実施例 6 4)

実施例 2 3 において、下引き層用塗布液に含有させる金属酸化物粒子を酸化亜鉛粒子から酸化チタン粒子に変更し、酸化チタン粒子に対しシランカップリング剤による表面処理を行わなかったこと以外は、実施例 2 3 と同様に電子写真感光体を製造した。また、実施例 2 3 と同様に下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

【0146】

(実施例 6 5)

実施例 2 6 において、下引き層用塗布液に含有させる金属酸化物粒子を酸化亜鉛粒子から酸化チタン粒子に変更し、酸化チタン粒子に対しシランカップリング剤による表面処理を行わなかったこと以外は、実施例 2 6 と同様に電子写真感光体を製造した。また、実施例 2 6 と同様に下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

30

【0147】

(実施例 6 6)

実施例 2 7 において、下引き層用塗布液に含有させる金属酸化物粒子を酸化亜鉛粒子から酸化チタン粒子に変更し、酸化チタン粒子に対しシランカップリング剤による表面処理を行わなかったこと以外は、実施例 2 7 と同様に電子写真感光体を製造した。また、実施例 2 7 と同様に下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

40

【0148】

(実施例 6 7)

実施例 2 3 において、下引き層用塗布液に含有させる金属酸化物粒子を酸化亜鉛粒子から酸化スズ粒子に変更し、酸化スズ粒子に対しシランカップリング剤による表面処理を行わなかったこと以外は、実施例 2 3 と同様に電子写真感光体を製造した。また、実施例 2 3 と同様に下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

【0149】

(実施例 6 8)

実施例 2 6 において、下引き層用塗布液に含有させる金属酸化物粒子を酸化亜鉛粒子から酸化スズ粒子に変更し、酸化スズ粒子に対しシランカップリング剤による表面処理を行

50

わなかったこと以外は、実施例 26 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 26 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

【 0 1 5 0 】

(実施例 6 9)

実施例 27 において、下引き層用塗布液に含有させる金属酸化物粒子を酸化亜鉛粒子から酸化スズ粒子に変更し、酸化スズ粒子に対しシランカップリング剤による表面処理を行わなかったこと以外は、実施例 27 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 27 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

【 0 1 5 1 】

(実施例 7 0)

実施例 1 において下引き層用塗布液の調製を下記に示すようにした以外は実施例 1 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 1 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

【 0 1 5 2 】

酸化亜鉛粒子 (比表面積 : $19 \text{ m}^2 / \text{g}$ 、粉体抵抗 : $4.7 \times 10^6 \cdot \text{cm}$) 100 部をトルエン 500 部と攪拌混合した。これにシランカップリング剤「KBM603」1.5 部を添加し、6 時間攪拌した。その後、トルエンを減圧留去して、140 で 6 時間加熱乾燥し、表面処理された酸化亜鉛粒子を得た。

【 0 1 5 3 】

次に、上記式 (1 - 21) で示される化合物でイソシアネート基がブロック化されたブロック化イソシアネート化合物を特開平 10 - 77327 の例 2 を参照にして合成した。

【 0 1 5 4 】

次に、ポリオール樹脂としてブチラル樹脂「BM-1」15 部および前記ブロック化イソシアネート化合物 15 部をメチルエチルケトン 73.5 部と 1 - ブタノール 73.5 部の混合溶液に溶解させた。この溶液に前記表面処理された酸化亜鉛粒子 81 部、2, 3, 4 - トリヒドロキシベンゾフェノン 0.41 部を加え、これを直径 0.8 mm のガラスビーズを用いたサンドミル装置で 23 ± 3 雰囲気下で 3 時間分散した。分散後、シリコンオイル「SH28PA」0.01 部、PMMA 粒子「TECHPOLYMER SSX-102」(平均一次粒径 $2.5 \mu\text{m}$) を 5.6 部加えて攪拌し、下引き層用塗布液を調製。この下引き層用塗布液を上記支持体上に浸漬塗布し、得られた塗膜を 30 分間 145 で乾燥させることによって、膜厚が $20 \mu\text{m}$ の下引き層を形成した。

【 0 1 5 5 】

(実施例 71 ~ 72)

実施例 70 において、下引き層用塗布液に含有させる金属酸化物粒子の種類を表 2 に示すように変更し、下引き層の乾燥条件を表 2 に示した条件となるように変更したこと以外は、実施例 70 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 70 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

【 0 1 5 6 】

(実施例 73 ~ 77)

実施例 7 において、下引き層用塗布液に含有させるアゾール化合物の種類や含有量を表 2 に示すように変更した以外は、実施例 7 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 7 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

【 0 1 5 7 】

(実施例 78 ~ 80)

実施例 70 において、下引き層用塗布液に含有させる金属酸化物粒子を酸化亜鉛粒子から酸化チタン粒子に変更し、酸化チタン粒子に対しシランカップリング剤による表面処理を行わず、さらに下引き層の乾燥条件を表 2 に示したようにした以外は、実施例 70 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 70 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

【 0 1 5 8 】

10

20

30

40

50

(実施例 8 1 ~ 8 4)

実施例 4 0 において、下引き層用塗布液に含有させるアゾール化合物の種類や含有量を表 2 に示すように変更した以外は、実施例 4 0 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 4 0 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

【 0 1 5 9 】

(実施例 8 5 ~ 8 7)

実施例 7 0 において、下引き層用塗布液に含有させる金属酸化物粒子を酸化亜鉛粒子から酸化スズ粒子に変更し、酸化スズ粒子に対しシランカップリング剤による表面処理を行わず、さらに下引き層の乾燥条件を表 2 に示したようにした以外は、実施例 7 0 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 7 0 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

10

【 0 1 6 0 】

(実施例 8 8 ~ 9 1)

実施例 5 2 において、下引き層用塗布液に含有させるアゾール化合物の種類や含有量を表 2 に示すように変更した以外は、実施例 5 2 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 5 2 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

【 0 1 6 1 】

(参考例 9 2)

実施例 1 において、下引き層の乾燥条件を表 2 に示した条件となるように変更したこと以外は、実施例 1 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 1 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

20

【 0 1 6 2 】

(参考例 9 3 ~ 9 5)

実施例 1 0 において、下引き層用塗布液に含有させるアゾール化合物の種類や含有量を表 2 に示すように変更した以外は、実施例 7 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 1 0 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。

【 0 1 6 3 】

(参考例 9 6)

実施例 3 4 において、下引き層の乾燥条件を表 2 に示したように変更したこと以外は、実施例 3 4 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 3 4 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

30

【 0 1 6 4 】

(参考例 9 7 ~ 9 9)

実施例 4 0 において、下引き層用塗布液に含有させる金属酸化物粒子の種類、アゾール化合物の種類や含有量を表 2 に示すように変更した以外は、実施例 4 0 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 4 0 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

【 0 1 6 5 】

(参考例 1 0 0)

実施例 3 7 において、下引き層の乾燥条件を表 2 に示したように変更したこと以外は、実施例 3 7 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 3 7 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。その結果を表 2 に示す。

40

【 0 1 6 6 】

(参考例 1 0 1 ~ 1 0 3)

実施例 5 2 において、下引き層用塗布液に含有させるアゾール化合物の種類や含有量を表 2 に示すように変更した以外は、実施例 5 2 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 5 2 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。

【 0 1 6 7 】

(比較例 1 ~ 2)

実施例 1 において、下引き層用塗布液に含有させるブロック化イソシアネート化合物を

50

「スミジュール B L 3 1 7 5」に変更し、さらに下引き層の乾燥条件を表 2 に示したように変更したこと以外は、実施例 1 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 1 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

【 0 1 6 8 】

(比較例 3)

実施例 3 4 において、下引き層用塗布液に含有させるブロック化イソシアネート化合物を「スミジュール B L 3 1 7 5」に変更したこと以外は、実施例 3 4 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 3 4 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

【 0 1 6 9 】

(比較例 4)

実施例 3 7 において、下引き層用塗布液に含有させるブロック化イソシアネート化合物「スミジュール B L 3 1 7 5」に変更したこと以外は、実施例 3 7 と同様にして電子写真感光体を製造した。また、実施例 3 7 と同様にして下引き層中の A / B を求めた。その結果を表 2 に示す。

【 0 1 7 0 】

(比較例 5)

実施例 1 0 において、ピラゾールを添加する代わりに 2 , 4 , 6 - トリメチルピリジン を添加したこと以外は、実施例 1 0 と同様にして電子写真感光体を製造した。結果を表 2 に示す。

【 0 1 7 1 】

(比較例 6)

実施例 1 において、下引き層用塗布液に金属酸化物粒子を含有させなかったこと以外は、実施例 1 と同様にして電子写真感光体を製造した。結果を表 2 に示す。

【 0 1 7 2 】

< 繰り返し使用時の明部電位変動の評価 >

評価装置としては、キヤノン (株) 製の電子写真複写機 (商品名 : G P 4 0 5 、プロセススピードは 3 0 0 m m / s e c になるように改造、帯電手段は直流電圧に交流電圧を重ねた電圧をローラー型の接触帯電部材 (帯電ローラー) に印加する方式) を用いた。この評価装置のドラムカートリッジに上述の実施例 1 ~ 9 9 および比較例 1 ~ 6 の電子写真感光体をそれぞれ装着して以下のように評価した。

【 0 1 7 3 】

3 0 / 8 5 % R H の高温高湿環境下に上記評価装置を設置した。帯電条件としては、帯電ローラーに印加する交流成分をピーク間電圧 1 5 0 0 V 、周波数 1 5 0 0 H z とし、直流成分を - 8 5 0 V とした。また、露光条件としては、レーザー露光光を照射した場合の繰り返し使用前の初期明部電位 (V l a) が、 - 2 0 0 V になるように露光条件を調整した。

【 0 1 7 4 】

電子写真感光体の表面電位は、評価装置から現像用カートリッジを抜き取り、そこに電位プローブ (商品名 : m o d e l 6 0 0 0 B - 8 、トレック社製) を固定し、表面電位計 (m o d e l 3 4 4 : トレック社製) を使用して測定した。電位測定装置は、現像用カートリッジの現像位置に電位測定プローブを配置することで構成されており、電子写真感光体に対する電位測定プローブの位置は、電子写真感光体の軸方向の中央、電子写真感光体の表面からのギャップを 3 m m とした。

【 0 1 7 5 】

次に、評価について説明する。なお、各電子写真感光体において初期に設定した帯電条件および露光条件のもとで評価を行った。実施例 1 ~ 9 9 および比較例 1 ~ 6 で製造した電子写真感光体を温度 3 0 、湿度 8 5 % R H の環境下で 7 2 時間放置した。電子写真感光体を装着した現像用カートリッジを上記評価装置に取り付け、A 4 サイズの普通紙を用いて 5 0 , 0 0 0 枚の電子写真感光体の繰り返し使用を行った。通紙後、5 分間放置し、

10

20

30

40

50

現像用カートリッジを電位測定装置に付け替え、繰り返し使用後における明部電位 (V_{1b}) を測定した。そして、繰り返し使用時の明部電位の変動量 ($V_{1b} - |V_{1a}|$) を算出した。 V_{1a} は繰り返し使用前の初期明部電位である。また、 $|V_{1b}|$ および $|V_{1a}|$ は、それぞれ V_{1b} および V_{1a} の絶対値を表す。

【0176】

評価結果を表1および表2に示す。

【0177】

【表1】

(表1)

	金属酸化物 粒子	金属酸 化物粒 子の比 表面積 (m^2/g)	アゾール化 合物の種類	塗布液中のア ゾール化合物 の含有量	A/B	結着樹脂	乾燥条件	ΔVI
実施例1	酸化亜鉛	19	式(1-1)	10.7	2.4×10^{-4}	ウレタン樹脂	145°C30分	7
実施例2	酸化亜鉛	19	式(1-1)	10.7	4.8×10^{-5}	ウレタン樹脂	150°C30分	7
実施例3	酸化亜鉛	19	式(1-1)	10.7	5.0×10^{-7}	ウレタン樹脂	145°C60分	7
実施例4	酸化亜鉛	19	式(1-1)	10.7	4.8×10^{-4}	ウレタン樹脂	140°C30分	7
実施例5	酸化亜鉛	19	式(1-1)	10.7	2.4×10^{-3}	ウレタン樹脂	140°C25分	8
実施例6	酸化亜鉛	19	式(1-1)	10.7	1.0×10^{-2}	ウレタン樹脂	130°C35分	9
実施例7	酸化亜鉛	19	式(1-1)	10.7	1.3×10^{-2}	ウレタン樹脂	130°C35分	9
実施例8	酸化亜鉛	19	式(1-1)	10.7	1.3×10^{-2}	ウレタン樹脂	130°C35分	9
実施例9	酸化亜鉛	19	式(1-1)	10.7	1.5×10^{-2}	ウレタン樹脂	130°C35分	9
実施例10	酸化亜鉛	19	式(1-1)	10.9	2.4×10^{-4}	ウレタン樹脂	145°C30分	7
実施例11	酸化亜鉛	19	式(1-7)	9.27	2.4×10^{-4}	ウレタン樹脂	145°C30分	7
実施例12	酸化亜鉛	19	式(1-7)	0.026	5.0×10^{-7}	ウレタン樹脂	145°C30分	7
実施例13	酸化亜鉛	19	式(1-7)	9.36	1.5×10^{-2}	ウレタン樹脂	130°C35分	9
実施例14	酸化亜鉛	19	式(1-2)	10.2	2.4×10^{-4}	ウレタン樹脂	145°C30分	7
実施例15	酸化亜鉛	19	式(1-2)	0.028	5.0×10^{-7}	ウレタン樹脂	145°C30分	7
実施例16	酸化亜鉛	19	式(1-2)	10.3	1.5×10^{-2}	ウレタン樹脂	130°C35分	9
実施例17	酸化亜鉛	19	式(1-18)	11.1	2.4×10^{-4}	ウレタン樹脂	145°C30分	7
実施例18	酸化亜鉛	19	式(1-18)	0.031	5.0×10^{-7}	ウレタン樹脂	145°C30分	7
実施例19	酸化亜鉛	19	式(1-18)	11.2	1.5×10^{-2}	ウレタン樹脂	130°C35分	9
実施例20	酸化亜鉛	19	式(1-14)	11.1	2.4×10^{-4}	ウレタン樹脂	145°C30分	8
実施例21	酸化亜鉛	19	式(1-14)	0.031	5.0×10^{-7}	ウレタン樹脂	145°C30分	7
実施例22	酸化亜鉛	19	式(1-14)	11.2	1.5×10^{-2}	ウレタン樹脂	130°C35分	9
実施例23	酸化亜鉛	18	式(1-1)	10.9	2.4×10^{-4}	フェノール樹脂	145°C30分	11
実施例24	酸化亜鉛	18	式(1-1)	0.03	5.0×10^{-7}	フェノール樹脂	145°C30分	11
実施例25	酸化亜鉛	18	式(1-1)	11.0	1.5×10^{-2}	フェノール樹脂	130°C35分	12
実施例26	酸化亜鉛	18	式(1-1)	1.64	2.4×10^{-4}	アミド樹脂	145°C30分	12
実施例27	酸化亜鉛	18	式(1-1)	1.64	2.4×10^{-4}	アルキッドメラミン樹脂	145°C30分	12
実施例28	酸化亜鉛	18	式(1-7)	9.27	2.4×10^{-4}	フェノール樹脂	145°C30分	11
実施例29	酸化亜鉛	18	式(1-7)	1.39	2.4×10^{-4}	アミド樹脂	145°C30分	13
実施例30	酸化亜鉛	18	式(1-7)	1.39	2.4×10^{-4}	アルキッドメラミン樹脂	145°C30分	11
実施例31	酸化亜鉛	18	式(1-2)	10.2	2.4×10^{-4}	フェノール樹脂	145°C30分	11
実施例32	酸化亜鉛	18	式(1-2)	1.53	2.4×10^{-4}	アミド樹脂	145°C30分	13
実施例33	酸化亜鉛	18	式(1-2)	1.53	2.4×10^{-4}	アルキッドメラミン樹脂	145°C30分	12
実施例34	酸化チタン	21	式(1-1)	10.7	2.4×10^{-4}	ウレタン樹脂	145°C30分	16
実施例35	酸化チタン	21	式(1-1)	10.7	5.0×10^{-7}	ウレタン樹脂	145°C60分	16
実施例36	酸化チタン	21	式(1-1)	10.7	1.5×10^{-2}	ウレタン樹脂	130°C35分	17
実施例37	酸化スズ	40	式(1-1)	10.7	2.4×10^{-4}	ウレタン樹脂	145°C30分	15
実施例38	酸化スズ	40	式(1-1)	10.7	5.0×10^{-7}	ウレタン樹脂	145°C60分	15
実施例39	酸化スズ	40	式(1-1)	10.7	1.5×10^{-2}	ウレタン樹脂	130°C35分	16
実施例40	酸化チタン	21	式(1-1)	10.9	2.4×10^{-4}	ウレタン樹脂	145°C30分	16
実施例41	酸化チタン	21	式(1-1)	0.03	5.0×10^{-7}	ウレタン樹脂	145°C30分	16
実施例42	酸化チタン	21	式(1-1)	11.0	1.5×10^{-2}	ウレタン樹脂	130°C35分	17
実施例43	酸化チタン	21	式(1-7)	9.27	2.4×10^{-4}	ウレタン樹脂	145°C30分	16
実施例44	酸化チタン	21	式(1-7)	0.026	5.0×10^{-7}	ウレタン樹脂	145°C30分	16
実施例45	酸化チタン	21	式(1-7)	9.36	1.5×10^{-2}	ウレタン樹脂	130°C35分	17
実施例46	酸化チタン	21	式(1-2)	10.2	2.4×10^{-4}	ウレタン樹脂	145°C30分	16
実施例47	酸化チタン	21	式(1-2)	0.028	5.0×10^{-7}	ウレタン樹脂	145°C30分	16
実施例48	酸化チタン	21	式(1-2)	10.3	1.5×10^{-2}	ウレタン樹脂	130°C35分	17
実施例49	酸化チタン	21	式(1-18)	11.1	2.4×10^{-4}	ウレタン樹脂	145°C30分	16
実施例50	酸化チタン	21	式(1-18)	0.031	5.0×10^{-7}	ウレタン樹脂	145°C30分	16
実施例51	酸化チタン	21	式(1-18)	11.2	1.5×10^{-2}	ウレタン樹脂	130°C35分	17
実施例52	酸化スズ	40	式(1-1)	10.9	2.4×10^{-4}	ウレタン樹脂	145°C30分	15
実施例53	酸化スズ	40	式(1-1)	0.03	5.0×10^{-7}	ウレタン樹脂	145°C30分	15
実施例54	酸化スズ	40	式(1-1)	11.0	1.5×10^{-2}	ウレタン樹脂	130°C35分	16
実施例55	酸化スズ	40	式(1-7)	9.27	2.4×10^{-4}	ウレタン樹脂	145°C30分	15
実施例56	酸化スズ	40	式(1-7)	0.026	5.0×10^{-7}	ウレタン樹脂	145°C30分	15
実施例57	酸化スズ	40	式(1-7)	9.36	1.5×10^{-2}	ウレタン樹脂	130°C35分	15
実施例58	酸化スズ	40	式(1-2)	10.2	2.4×10^{-4}	ウレタン樹脂	145°C30分	15
実施例59	酸化スズ	40	式(1-2)	0.028	5.0×10^{-7}	ウレタン樹脂	145°C30分	15
実施例60	酸化スズ	40	式(1-2)	10.3	1.5×10^{-2}	ウレタン樹脂	130°C35分	16
実施例61	酸化スズ	40	式(1-18)	11.1	2.4×10^{-4}	ウレタン樹脂	145°C30分	15
実施例62	酸化スズ	40	式(1-18)	0.031	5.0×10^{-7}	ウレタン樹脂	145°C30分	15
実施例63	酸化スズ	40	式(1-18)	11.2	1.5×10^{-2}	ウレタン樹脂	130°C35分	16

【0178】

10

20

30

40

【表 2】

(表2)

	金属酸化物 粒子	金属酸化物粒 子の比 表面積 (m ² /g)	アゾール化 合物の種類	塗布液中 のアゾール 化合物の 含有量	A/B	結着樹脂	乾燥条件	ΔVI
実施例64	酸化チタン	21	式(1-1)	10.9	2.4×10 ⁻⁴	フェノール樹脂	145℃30分	16
実施例65	酸化チタン	21	式(1-1)	1.64	2.4×10 ⁻⁴	アミド樹脂	145℃30分	17
実施例66	酸化チタン	21	式(1-1)	1.64	2.4×10 ⁻⁴	アルキッドメラミン樹脂	145℃30分	16
実施例67	酸化スズ	40	式(1-1)	10.9	2.4×10 ⁻⁴	フェノール樹脂	145℃30分	15
実施例68	酸化スズ	40	式(1-1)	1.64	2.4×10 ⁻⁴	アミド樹脂	145℃30分	17
実施例69	酸化スズ	40	式(1-1)	1.64	2.4×10 ⁻⁴	アルキッドメラミン樹脂	145℃30分	15
実施例70	酸化亜鉛	19	式(1-21)	7.68	2.4×10 ⁻⁴	ウレタン樹脂	145℃30分	18
実施例71	酸化亜鉛	19	式(1-21)	7.68	5.0×10 ⁻⁷	ウレタン樹脂	145℃60分	18
実施例72	酸化亜鉛	19	式(1-21)	7.68	1.5×10 ⁻²	ウレタン樹脂	130℃35分	19
実施例73	酸化亜鉛	19	式(1-21)	14.4	4.8×10 ⁻⁴	ウレタン樹脂	145℃30分	18
実施例74	酸化亜鉛	19	式(1-29)	7.43	2.4×10 ⁻⁴	ウレタン樹脂	145℃30分	18
実施例75	酸化亜鉛	19	式(1-29)	0.020	5.0×10 ⁻⁷	ウレタン樹脂	145℃30分	18
実施例76	酸化亜鉛	19	式(1-29)	7.50	1.5×10 ⁻²	ウレタン樹脂	130℃30分	19
実施例77	酸化亜鉛	19	式(1-40)	12.5	2.5×10 ⁻⁴	ウレタン樹脂	145℃30分	21
実施例78	酸化チタン	21	式(1-21)	7.68	2.4×10 ⁻⁴	ウレタン樹脂	145℃30分	20
実施例79	酸化チタン	21	式(1-21)	7.68	5.0×10 ⁻⁷	ウレタン樹脂	145℃60分	20
実施例80	酸化チタン	21	式(1-21)	7.68	1.5×10 ⁻²	ウレタン樹脂	130℃35分	21
実施例81	酸化チタン	21	式(1-21)	14.4	4.8×10 ⁻⁴	ウレタン樹脂	145℃30分	20
実施例82	酸化チタン	21	式(1-29)	7.43	2.4×10 ⁻⁴	ウレタン樹脂	145℃30分	20
実施例83	酸化チタン	21	式(1-29)	0.020	5.0×10 ⁻⁷	ウレタン樹脂	145℃30分	20
実施例84	酸化チタン	21	式(1-29)	7.50	1.5×10 ⁻²	ウレタン樹脂	130℃30分	21
実施例85	酸化スズ	40	式(1-21)	7.68	2.4×10 ⁻⁴	ウレタン樹脂	145℃30分	19
実施例86	酸化スズ	40	式(1-21)	7.68	5.0×10 ⁻⁷	ウレタン樹脂	145℃60分	19
実施例87	酸化スズ	40	式(1-21)	7.68	1.5×10 ⁻²	ウレタン樹脂	130℃35分	20
実施例88	酸化スズ	40	式(1-21)	14.4	4.8×10 ⁻⁴	ウレタン樹脂	145℃30分	19
実施例89	酸化スズ	40	式(1-29)	7.43	2.4×10 ⁻⁴	ウレタン樹脂	145℃30分	19
実施例90	酸化スズ	40	式(1-29)	0.020	5.0×10 ⁻⁷	ウレタン樹脂	145℃30分	19
実施例91	酸化スズ	40	式(1-29)	7.50	1.5×10 ⁻²	ウレタン樹脂	130℃30分	20
参考例92	酸化亜鉛	23	式(1-1)	10.7	1.6×10 ⁻²	ウレタン樹脂	130℃30分	23
参考例93	酸化亜鉛	23	式(1-1)	11.7	1.6×10 ⁻²	ウレタン樹脂	130℃30分	23
参考例94	酸化亜鉛	23	式(1-21)	8.40	1.6×10 ⁻²	ウレタン樹脂	130℃30分	24
参考例95	酸化亜鉛	23	式(1-29)	8.20	1.6×10 ⁻²	ウレタン樹脂	130℃30分	24
参考例96	酸化チタン	21	式(1-1)	10.7	1.6×10 ⁻²	ウレタン樹脂	130℃30分	26
参考例97	酸化チタン	21	式(1-1)	11.7	1.6×10 ⁻²	ウレタン樹脂	130℃30分	26
参考例98	酸化チタン	21	式(1-21)	8.40	1.6×10 ⁻²	ウレタン樹脂	130℃30分	28
参考例99	酸化チタン	21	式(1-29)	7.98	1.6×10 ⁻²	ウレタン樹脂	130℃30分	28
参考例100	酸化スズ	40	式(1-1)	10.7	1.6×10 ⁻²	ウレタン樹脂	130℃30分	24
参考例101	酸化スズ	40	式(1-1)	11.7	1.6×10 ⁻²	ウレタン樹脂	130℃30分	24
参考例102	酸化スズ	40	式(1-21)	8.40	1.6×10 ⁻²	ウレタン樹脂	130℃30分	25
参考例103	酸化スズ	40	式(1-29)	7.98	1.6×10 ⁻²	ウレタン樹脂	130℃30分	25
比較例1	酸化亜鉛	19	-	-	-	ウレタン樹脂	160℃30分	38
比較例2	酸化亜鉛	19	-	-	-	ウレタン樹脂	145℃30分	40
比較例3	酸化チタン	21	-	-	-	ウレタン樹脂	145℃30分	54
比較例4	酸化スズ	40	-	-	-	ウレタン樹脂	145℃30分	50
比較例5	酸化亜鉛	19	2,4,6-トリメ チルピリジン	17.9	Q	ウレタン樹脂	145℃30分	52
比較例6	-	-	式(1-1)	10.9	ニ	ウレタン樹脂	145℃30分	60

【0179】

表1および2中、「塗布液中のアゾール化合物の含有量」は、下引き層用塗布液に含有させるアゾール化合物の量を示す。アゾール化合物でイソシアネート基がブロック化されたブロック化イソシアネート化合物を用いた例では、ブロック化イソシアネート化合物中のアゾール化合物の量を示す。

【0180】

表1, 2に示した結果から、電子写真感光体の下引き層が、上記アゾール化合物が検出される層であることにより、高温高湿環境下において長期間繰り返し使用しても明部電位の変動を抑制することが可能であることがわかる。

【符号の説明】

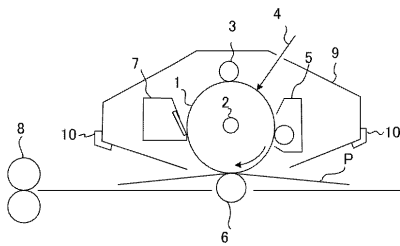
【0181】

- 1 電子写真感光体
- 2 軸
- 3 帯電手段

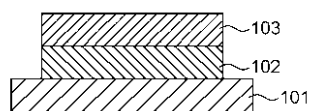
- 4 露光光
- 5 現像手段
- 6 転写手段
- 7 クリーニング手段
- 8 定着手段
- 9 プロセカートリッジ
- 10 案内手段
- P 転写材
- 101 支持体
- 102 下引き層
- 103 感光層
- 104 電荷発生層
- 105 電荷輸送層

10

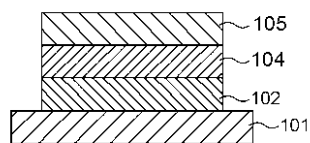
【図1】



【図2】



(a)



(b)

フロントページの続き

- (72)発明者 北村 航
東京都大田区下丸子3丁目30番2号キヤノン株式会社内
- (72)発明者 加来 賢一
東京都大田区下丸子3丁目30番2号キヤノン株式会社内
- (72)発明者 村上 舞
東京都大田区下丸子3丁目30番2号キヤノン株式会社内

審査官 清水 裕勝

- (56)参考文献 特開2014-029479(JP,A)
特開2012-189959(JP,A)
特開2004-252452(JP,A)
特開平01-179950(JP,A)
特開2012-027258(JP,A)
特開2010-224173(JP,A)
特開2005-182040(JP,A)
米国特許出願公開第2005/0137301(US,A1)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
G03G 5/00-5/16