



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101381528 B

(45) 授权公告日 2014. 05. 07

(21) 申请号 200810087539. X

JP 2005226013 A, 2005. 08. 25,

(22) 申请日 2008. 03. 25

CN 1678692 A, 2005. 10. 05,

(30) 优先权数据

US 2005164104 A1, 2005. 07. 28,

2007-232485 2007. 09. 07 JP

审查员 曲在丹

(73) 专利权人 富士施乐株式会社

地址 日本东京

(72) 发明人 本乡和哉 太田哲生 平野明

(74) 专利代理机构 北京天昊联合知识产权代理有限公司 11112

代理人 顾红霞 龙涛峰

(51) Int. Cl.

C09B 67/50 (2006. 01)

C09B 67/12 (2006. 01)

G03G 5/06 (2006. 01)

C30B 29/54 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 5302479 A, 1994. 04. 12,

US 5302479 A, 1994. 04. 12,

JP 2005226013 A, 2005. 08. 25,

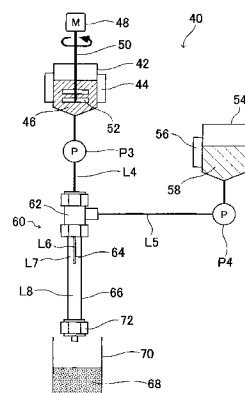
权利要求书2页 说明书34页 附图10页

(54) 发明名称

镓酞菁晶体及其制造方法、感光体和图像形成装置

(57) 摘要

本发明公开一种镓酞菁晶体, 该镓酞菁晶体在约 760nm 到约 773nm 的波长范围内或约 790nm 到约 809nm 的波长范围内具有分光吸收光谱的峰值。



1. 一种制造镓酞菁晶体的方法,包括:

将镓酞菁化合物溶解在良溶剂中以制备溶液;

在双管式微反应器的微通道中以液体输送速度 V_1 输送所制备的溶液和以液体输送速度 V_2 输送镓酞菁化合物的不良溶剂,并且将所制备的溶液与镓酞菁化合物的不良溶剂进行混合,以获得包含镓酞菁化合物的混合溶液,其中所述液体输送速度 V_1 和所述液体输送速度 V_2 满足下式表示的条件: $1 \leq (V_2/V_1) \leq 20$; 以及

使得所述混合溶液穿过设置在所述微通道的端部的阀并且回收在容器中,所述阀用于调节排放速度。

2. 根据权利要求1所述的方法,其中,

所述良溶剂包括选自下述群组中的一种溶剂,所述群组包括:N-甲基吡咯烷酮、二甲亚砜、二甲基乙酰胺、二甲基磺酰胺以及N,N-二甲基甲酰胺。

3. 根据权利要求1所述的方法,其中,

相对于每1重量份的所述镓酞菁化合物,所述良溶剂为20重量份到10,000重量份。

4. 根据权利要求1所述的方法,其中,

所述不良溶剂包括选自下述群组中的一种溶剂,所述群组包括:己烷、苯、甲苯、水、丙酮、甲乙酮以及甲基异丁基酮。

5. 一种根据权利要求1所述的方法制造的镓酞菁晶体,其在790nm到809nm的波长范围内具有分光吸收光谱的峰值,并且所述镓酞菁晶体为在790nm到809nm的波长范围内具有分光吸收光谱的峰值的V型羟基镓酞菁晶体,并且具有1.0到3.0的体积平均粒径分布GSDv。

6. 根据权利要求5所述的镓酞菁晶体,其中,

在790nm到809nm的波长范围内的所述峰值是在600nm到900nm范围内的第一或第二最大峰值。

7. 根据权利要求5所述的镓酞菁晶体,其具有10nm到300nm的粒径。

8. 根据权利要求5所述的镓酞菁晶体,其中,

所述V型羟基镓酞菁晶体在791nm到805nm的波长范围内具有分光吸收光谱的峰值。

9. 一种感光体,包括:

功能层,其包含根据权利要求5到8中任一项所述的镓酞菁晶体。

10. 根据权利要求9所述的感光体,还包括:

导电基体,

其中,所述功能层是包括电荷生成层和电荷传输层的感光层,并且所述电荷生成层包含所述镓酞菁晶体。

11. 根据权利要求10所述的感光体,还包括:

底层,其至少包含金属氧化物颗粒和粘合剂。

12. 根据权利要求11所述的感光体,还包括:

保护层,其防止在对所述感光体进行充电时所述电荷传输层发生化学变化,或者改善所述感光层的机械强度。

13. 根据权利要求11所述的感光体,还包括:

中间层,其设置在所述感光层和所述底层之间,并且提高所述感光体的电气特性、或者

提高图像质量、或者提高所述感光层的粘着性。

14. 一种处理盒,包括:

根据权利要求 9 所述的感光体;以及

选自下述群组中的至少一个部件,所述群组包括:对所述感光体表面进行充电的充电装置、在所述感光体表面上形成潜像的潜像形成装置、利用调色剂对潜像进行显影以形成调色剂图像的显影装置以及清洁所述感光体表面的清洁装置。

15. 一种图像形成装置,包括:

根据权利要求 9 所述的感光体;

充电装置,其对所述感光体表面进行充电;

潜像形成装置,其在所述感光体表面上形成潜像;

显影装置,其利用调色剂对潜像进行显影以形成调色剂图像;

转印装置,其将调色剂图像转印在转印介质上;以及

定影装置,其将调色剂图像定影在记录介质上。

镓酞菁晶体及其制造方法、感光体和图像形成装置

技术领域

[0001] 本发明涉及镓酞菁晶体及其制造方法、处理盒和图像形成装置。

背景技术

[0002] 就用于例如复印机、打印机和数字复合机等图像形成装置的感光体而言,使用有机光电材料作为电荷生成材料在目前占主导地位。使用有机光电材料的感光体在环境污染控制措施方面是有效的,并且具有例如高生产率和低成本的优点。

[0003] 可通过对根据多种合成方法得到的酞菁颜料前体的粗制晶体施加例如磨碎处理、酸糊化处理、溶剂处理或热处理等处理得到作为电荷生成材料的酞菁颜料。

[0004] 例如 JP-A-3-269061(如本文中使用的术语“JP-A”是指“未经审查的日本专利申请公开”)公开了制造在X射线衍射图案中在 27.3° 的布拉格角($2\theta \pm 0.2^\circ$)具有衍射峰的钛氧基酞菁晶体的方法,该方法包括利用基于乙醇的溶剂、基于芳烃的溶剂、或基于乙醇或基于芳烃的溶剂与水的混合溶剂处理无定形的或半无定形的钛氧基酞菁。

[0005] 就氯镓酞菁(chlorogallium phthalocyanine)颜料而言,报告了其晶形和电子照相特性,并且例如在 JP-A-5-98181 中,描述了 CuK α 特征X射线中至少在 7.4° 、 16.6° 、 25.5° 和 28.3° 的布拉格角($2\theta \pm 0.2^\circ$)具有衍射峰的氯镓酞菁晶体,和使用该颜料的电子照相感光体。

[0006] 就羟基镓酞菁颜料而言,许多报告是关于晶形与其电子照相特性之间的关系,例如,在 JP-A-5-263007 和 JP-A-7-53892 中,报告了在使用 CuK α 特征X射线的X射线衍射图案中至少在 7.5° 、 9.9° 、 12.5° 、 16.3° 、 18.6° 、 25.1° 和 28.3° 的布拉格角($2\theta \pm 0.2^\circ$)具有衍射峰的羟基镓酞菁颜料,以及使用该颜料的电子照相感光体。

发明内容

[0007] 本发明提供具有小粒径和窄粒度分布的镓酞菁晶体。

[0008] 根据本发明的第一方面,提供了这样一种镓酞菁晶体:其在约760nm到约773nm的波长范围内或约790nm到约809nm的波长范围内具有分光吸收光谱的峰值。

[0009] 根据本发明的第二方面,提供如本发明的第一方面所述的镓酞菁晶体,其中在约760nm到约773nm的波长范围内或约790nm到约809nm的波长范围内的所述峰值是在约600nm到约900nm范围内的第一或第二最大峰值。

[0010] 根据本发明的第三方面,提供如本发明的第一方面所述的镓酞菁晶体,该镓酞菁晶体具有约10nm到约300nm的粒径。

[0011] 根据本发明的第四方面,提供如本发明的第一方面所述的镓酞菁晶体,该镓酞菁晶体具有约1.0到约3.0的体积平均粒径分布GSD_v。

[0012] 根据本发明的第五方面,提供如本发明的第一方面所述的镓酞菁晶体,该镓酞菁晶体为在约760nm到约773nm的波长范围内具有分光吸收光谱的峰值的II型氯镓酞菁晶体。

[0013] 根据本发明的第六方面,提供如本发明的第一方面所述的镓酞菁晶体,该镓酞菁晶体为在约 790nm 到约 809nm 的波长范围内具有分光吸收光谱的峰值的 V 型羟基镓酞菁晶体。

[0014] 根据本发明的第七方面,提供如本发明的第六方面所述的镓酞菁晶体,该 V 型羟基镓酞菁晶体在约 791nm 到约 805nm 的波长范围内具有分光吸收光谱的峰值。

[0015] 根据本发明的第八方面,提供包括功能层的感光体,所述功能层包含根据本发明第一到第七方面中任一方面所述的镓酞菁晶体。

[0016] 根据本发明的第九方面,提供如本发明的第八方面所述的感光体,该感光体还包括导电基体,其中,所述功能层是包括电荷生成层和电荷传输层的感光层,并且所述电荷生成层包含所述镓酞菁晶体。

[0017] 根据本发明的第十方面,提供如本发明的第九方面所述的感光体,该感光体还包括底层,该底层至少包含金属氧化物颗粒和粘合剂。

[0018] 根据本发明的第十一方面,提供如本发明的第十方面所述的感光体,该感光体还包括保护层,所述保护层防止在对所述感光体进行充电时所述电荷传输层发生化学变化,或者改善所述感光层的机械强度。

[0019] 根据本发明的第十二方面,提供如本发明的第十方面所述的感光体,该感光体还包括中间层,所述中间层设置在所述感光层和所述底层之间,并且提高所述感光体的电气特性、或者提高图像质量、或者提高所述感光层的粘着性。

[0020] 根据本发明的第十三方面,提供一种处理盒,该处理盒包括如本发明第八方面所述的感光体以及选自下述群组中的至少一个部件,所述群组包括:对所述感光体表面进行充电的充电装置、在所述感光体表面上形成潜像的潜像形成装置、利用调色剂对潜像进行显影以形成调色剂图像的显影装置以及清洁所述感光体表面的清洁装置。

[0021] 根据本发明的第十四方面,提供一种图像形成装置,该图像形成装置包括:如本发明的第八方面所述的感光体;充电装置,其对所述感光体表面进行充电;潜像形成装置,其在所述感光体表面上形成潜像;显影装置,其利用调色剂对潜像进行显影以形成调色剂图像;转印装置,其将调色剂图像转印在转印介质上;以及定影装置,其将调色剂图像定影在记录介质上。

[0022] 根据本发明的第十五方面,提供一种制造镓酞菁晶体的方法,该方法包括:将镓酞菁化合物溶解在良溶剂中以制备溶液;以及在微通道中将所制备的溶液与镓酞菁化合物的不良溶剂进行混合,以获得镓酞菁化合物的晶体。

[0023] 根据本发明的第十六方面,提供如本发明的第十五方面所述的方法,其中所述良溶剂包括选自下述群组中的一种溶剂,所述群组包括:N-甲基吡咯烷酮、二甲亚砜、二甲基乙酰胺、二甲基磺酰胺以及 N,N-二甲基甲酰胺。

[0024] 根据本发明的第十七方面,提供如本发明的第十五方面所述的方法,其中相对于每 1 重量份的所述镓酞菁化合物,所述良溶剂为约 20 重量份到约 10,000 重量份。

[0025] 根据本发明的第十八方面,提供如本发明的第十五方面所述的方法,其中所述不良溶剂包括选自下述群组中的一种溶剂,所述群组包括:己烷、苯、甲苯、水、丙酮、甲乙酮以及甲基异丁基酮。

[0026] 根据本发明的第十九方面,提供如本发明的第十五方面所述的方法,其中在双管

式微反应器中进行所制备的溶液与镓酞菁化合物的不良溶剂的混合。

[0027] 根据本发明的第一方面,与没有这种情况相比,可以使该镓酞菁晶体具有小的粒径和窄的粒度分布。

[0028] 根据本发明的第二方面,与没有这种情况相比,可以使该镓酞菁晶体具有更小的粒径和更窄的粒度分布。

[0029] 根据本发明的第三方面,该镓酞菁晶体可以适合于用作电荷生成材料。

[0030] 根据本发明的第四方面,该镓酞菁晶体可以适合于用作电荷生成材料。

[0031] 根据本发明的第五方面,与没有这种情况相比,可以使该 II 型氯镓酞菁晶体具有小的粒径和窄的粒度分布。

[0032] 根据本发明的第六方面,与没有这种情况相比,可以使该 V 型羟基镓酞菁晶体具有小的粒径和窄的粒度分布。

[0033] 根据本发明的第七方面,该 V 型羟基镓酞菁晶体可以适合于用作电荷生成材料。

[0034] 根据本发明的第八方面,与没有考虑电荷生成材料的情况相比,可以减少起始状态的电气特性的变化以及电气特性随时间的变化。

[0035] 根据本发明的第九方面,与没有考虑电荷生成材料的情况相比,可以减少起始状态的电气特性的变化以及电气特性随时间的变化。

[0036] 根据本发明的第十方面,与没有考虑电荷生成材料的情况相比,可以进一步减少起始状态的电气特性的变化以及电气特性随时间的变化。

[0037] 根据本发明的第十一方面,与没有考虑电荷生成材料的情况相比,可以进一步减少起始状态的电气特性的变化以及电气特性随时间的变化,并且特别是可以进一步减少电气特性随时间的变化。

[0038] 根据本发明的第十二方面,与没有考虑电荷生成材料的情况相比,可以进一步减少起始状态的电气特性的变化以及电气特性随时间的变化,并且特别是可以进一步减少电气特性随时间的变化。

[0039] 根据本发明的第十三方面,与没有这种情况相比,可以减少图像形成时调色剂的飞散并且可以实现良好地再现细线。

[0040] 根据本发明的第十四方面,与没有这种情况相比,可以减少调色剂的飞散并且可以实现良好地再现细线。

[0041] 根据本发明的第十五方面,与没有这种情况相比,可以得到具有小粒径和窄粒度分布的镓酞菁晶体,并且可以实现优良的晶形控制。

[0042] 根据本发明的第十六方面,与没有这种情况相比,可以获得更优良的生产率。

[0043] 根据本发明的第十七方面,与没有这种情况相比,可以获得更优良的生产率。

[0044] 根据本发明的第十八方面,与没有这种情况相比,可以获得更优良的生产率。

[0045] 根据本发明的第十九方面,与没有这种情况相比,可以获得良好的反应效率和优良的生产率。

附图说明

[0046] 参考以下附图详细描述本发明的示例性实施例，其中：

[0047] 图 1 是示出具有微型反应器的装置的一个实例的示意构造图，该微型反应器适合用于本发明示例性实施例中的镓酞菁晶体的制造方法；

[0048] 图 2 是示出具有双管式微型反应器的装置的一个实例的示意构造图，该双管式微型反应器适合用于本发明示例性实施例中的镓酞菁晶体的制造方法；

[0049] 图 3 是示出用于图 2 中的双管式微型反应器的放大示意图；

[0050] 图 4 是示出本发明示例性实施例中的感光体的第一示例性实施例的剖视图；

[0051] 图 5 是示出本发明示例性实施例中的感光体的第二示例性实施例的剖视图；

[0052] 图 6 是示出本发明示例性实施例中的感光体的第三示例性实施例的剖视图；

[0053] 图 7 是示出本发明示例性实施例中的感光体的第四示例性实施例的剖视图；

[0054] 图 8 是示意性地示出本发明示例性实施例中的图像形成装置的一个优选示例性实施例的基本结构的剖视图；

[0055] 图 9 是示意性地示出图 8 中所示的本发明示例性实施例中的图像形成装置的另一优选示例性实施例的基本结构的剖视图；

[0056] 图 10 是示意性地示出作为本发明示例性实施例中的图像形成装置之一的全色打印机的基本结构的剖视图；

[0057] 图 11 是示意性地示出本发明示例性实施例中的处理盒的一个优选示例性实施例的基本结构的剖视图；

[0058] 图 12 是示出在实例 1 中得到的本发明示例性实施例中的 II 型氯镓酞菁晶体的粉末 X 射线衍射图案；

[0059] 图 13 示出了在实例 1 中得到的本发明的 II 型氯镓酞菁晶体的分光吸收光谱；

[0060] 图 14 是示出图 2 和图 3 中通道 L6 的端部 72 附近区域的放大示意图；

[0061] 图 15 示出了在实例 3 中得到的本发明示例性实施例中的 V 型羟基镓酞菁晶体的粉末 X 射线衍射图案；以及

[0062] 图 16 示出了在实例 3 中得到的本发明示例性实施例的 V 型羟基镓酞菁晶体的分光吸收光谱。

具体实施方式

[0063] 本发明示例性实施例的镓酞菁晶体在约 760nm 到约 773nm 的波长范围或约 790nm 到约 809nm 的波长范围内具有分光吸收光谱的峰值。

[0064] 本发明示例性实施例的制造镓酞菁晶体的方法包括：将镓酞菁化合物溶解在良溶剂中以制备溶液的溶液制备步骤；以及在微通道中将镓酞菁化合物的不良溶剂与溶液制备步骤中制备的溶液混合以获得镓酞菁化合物晶体的晶体形成步骤。

[0065] 以下参考附图详细描述本发明示例性实施例。

[0066] （镓酞菁晶体）

[0067] 本发明示例性实施例的镓酞菁晶体在约 760nm 到约 773nm 的波长范围或约 790nm 到约 809nm 的波长范围内具有分光吸收光谱的峰值。

[0068] 该示例性实施例的镓酞菁晶体适合于用作电荷生成材料。

[0069] 该示例性实施例的镓酞菁晶体的分光吸收光谱可通过公知的方法测量。具体优选的实例包括在室温下 (25°C) 将 1mg 镓酞菁晶体超声分散在 1mL 丙酮中以制备测量溶液, 以及使用由 Hitachi, Ltd. 制造的 U-2000 型分光光度计测量该测量溶液。

[0070] 如果其中测量分光吸收光谱的波长范围使得能够测量是否在预定波长范围中存在峰值, 则该范围可能是充分的, 但是优选的是 600 到 900nm 的范围。预定的波长范围是约 760nm 到约 773nm 的波长范围或约 790nm 到约 809nm 的波长范围。具体地, 在 II 型氯镓酞菁晶体的情况下, 预定的波长范围为约 760nm 到约 773nm, 在 V 型羟基镓酞菁晶体的情况下为约 790nm 到约 809nm。

[0071] 在该示例性实施例的镓酞菁晶体中, 上述波长范围内的峰值优选是约 600nm 到约 900nm 范围内的第一或第二最大峰值, 更优选为第二最大峰值。

[0072] 该示例性实施例的镓酞菁晶体的粒径 (中位粒径 (中间直径)) 优选为约 10nm 到约 300nm, 更优选为约 15nm 到约 250nm。

[0073] 此外, 该示例性实施例的镓酞菁晶体的 GSDv 优选为约 1.0 到约 3.0, 更优选为约 1.0 到约 2.5。

[0074] 顺便地, 假定相对于由分割所测量的粒径分布而产生的粒径范围 (通道) 从小粒径绘制累积分布时, 达到 16% 的体积累积的粒径为体积 D_{16v} , 而达到 84% 的体积累积的粒径为体积 D_{84v} , 则体积平均粒径分布 GSDv 是由 D_{84v}/D_{16v} 确定的数值。

[0075] (II 型氯镓酞菁晶体)

[0076] 本发明示例性实施例的 II 型氯镓酞菁晶体在 760nm 到 773nm 的波长范围内具有分光吸收光谱的峰值。

[0077] 该示例性实施例的 II 型氯镓酞菁晶体适合于用作电荷生成材料。

[0078] 该示例性实施例中 II 型氯镓酞菁晶体的分光吸收光谱的测量与上述镓酞菁晶体的分光吸收光谱的测量相同。

[0079] 在该示例性实施例的 II 型氯镓酞菁晶体中, 在约 760nm 到约 773nm 的波长范围内的峰值优选的是在约 600nm 到约 900nm 范围内的第一或第二最大峰值, 更优选的是第二最大峰值。

[0080] 当氯镓酞菁晶体为 II 型晶形时, 这可以通过在使用 CuK α 特征 X 射线测量的 X 射线衍射谱中至少在 7.4°、16.6°、25.5° 和 28.3° 的布拉格角 ($2\theta \pm 0.2^\circ$) 具有衍射峰而得到确认。

[0081] 该示例性实施例的 II 型氯镓酞菁晶体的原料的实例包括 I 型氯镓酞菁。

[0082] 对可用于该示例性实施例的 I 型氯镓酞菁没有特别限制, 而是可以通过已知的方法合成, 例如可以通过这样的已知方法合成: 将 1,3-二亚氨基异吲哚与三氯化镓在有机溶剂中加热和缩合的二亚氨基异吲哚法。

[0083] 通过上述方法合成的 I 型氯镓酞菁具有对于 CuK α 特征 X 射线为 27.1° 布拉格角 ($2\theta \pm 0.2^\circ$) 的衍射峰。

[0084] 可以通过随后描述的制造镓酞菁晶体的方法适当地制造该示例性实施例的 II 型氯镓酞菁晶体。

[0085] 该示例性实施例的 II 型氯镓酞菁晶体的粒径 (中位粒径 (中间直径)) 优选为约 10nm 到 300nm, 更优选为 15nm 到 250nm。

[0086] 此外,该示例性实施例的 II 型氯镓酞菁晶体的 GSDv 优选为 1.0 到 3.0,更优选为 1.0 到 2.5。

[0087] (V 型羟基镓酞菁晶体)

[0088] 本发明示例性实施例的 V 型羟基镓酞菁晶体在约 790nm 到约 809nm 的波长范围内具有分光吸收光谱的峰值。

[0089] 此外,在该示例性实施例的 V 型羟基镓酞菁晶体中,分光吸收光谱的峰值优选在约 791nm 到约 805nm 的波长范围内。

[0090] 该示例性实施例的 V 型羟基镓酞菁晶体适合于用作电荷生成材料。

[0091] 该示例性实施例中 V 型羟基镓酞菁晶体的分光吸收光谱的测量与上述镓酞菁晶体的分光吸收光谱的测量相同。

[0092] 在该示例性实施例的 V 型羟基镓酞菁晶体中,在约 790nm 到约 809nm 波长范围内的峰值优选的是在 600nm 到 900nm 范围内的第一或第二最大峰值,更优选的是第二最大峰值。

[0093] 当羟基镓酞菁晶体为 V 型晶形时,这可以通过在使用 CuK α 特征 X 射线测量的 X 射线衍射谱中至少在 7.5°、9.9°、12.5°、16.3°、18.6°、25.1° 和 28.3° 的布拉格角 ($2\theta \pm 0.2^\circ$) 具有衍射峰而得到确认。

[0094] 该示例性实施例的 V 型羟基镓酞菁晶体的原料的实例包括 I 型羟基镓酞菁。

[0095] 对可用于该示例性实施例的 I 型羟基镓酞菁没有特别限制,而可通过已知的方法合成,这些方法的实例包括:通过例如使邻苯二甲腈或 1,3-二亚氨基异吲哚与三氯化镓在预定的溶剂中反应的方法(I 型氯镓酞菁法)或将邻苯二甲腈、烷氧基镓和乙二醇在预定的溶剂中加热和反应以合成酞菁二聚物的方法(酞菁二聚物法)来制备粗镓酞菁,以及通过酸糊化处理(acid pasting treatment)将得到的粗镓酞菁粉碎并且同时转化为 I 型羟基镓酞菁。

[0096] 具体地,如本文中使用的“酸糊化处理”是指如下处理:其中将溶于酸例如硫酸或形成酸性盐例如硫酸盐的粗镓酞菁倾倒在碱水溶液或水或冰水中,从而重结晶。

[0097] 用于酸糊化处理的酸优选的是硫酸,更优选的是浓度为 70 到 100% (更优选的是 95 到 100%) 的硫酸。

[0098] 通过上述方法合成的 I 型羟基镓酞菁在 CuK α 特征 X 射线在 6.8 到 7.4°、13.2 到 14.2°、16.2 到 16.6° 以及 26.5 到 27.5° 的布拉格角 ($2\theta \pm 0.2^\circ$) 具有衍射峰和在 615 到 635nm 的范围内和 850 到 890nm 的范围内具有分光吸收光谱的吸收峰。

[0099] 可以通过在随后描述的本发明示例性实施例的制造镓酞菁晶体的方法来适当地制造该示例性实施例的 V 型羟基镓酞菁晶体。

[0100] 该示例性实施例的 V 型羟基镓酞菁晶体的粒径(中位粒径(中间直径))优选为 10nm 到 300nm,更优选为 20nm 到 250nm。

[0101] 此外,该示例性实施例的 V 型羟基镓酞菁晶体的 GSDv 优选为 1.0 到 2.8,更优选为 1.0 到 2.4。

[0102] (镓酞菁晶体的制造方法)

[0103] 本发明示例性实施例的制造镓酞菁晶体方法包括:将镓酞菁化合物溶解在良溶剂中以制备溶液的溶液制备步骤;以及在微型反应器中将镓酞菁化合物的不良溶剂与溶液制

备步骤中制备的溶液混合以得到镓酞菁化合物晶体的晶体形成步骤。

[0104] 在该示例性实施例的镓酞菁晶体的制造方法中,借助于上述结构,可以得到具有小粒径和窄粒度分布的晶体,并且可以实现优良的晶形控制。

[0105] 本发明示例性实施例 II 型氯镓酞菁晶体和本发明示例性实施例的 V 型羟基镓酞菁晶体优选通过该示例性实施例的镓酞菁晶体的制造方法来制造。

[0106] < 溶液制备步骤 >

[0107] 在该示例性实施例的镓酞菁晶体的制造方法中,溶液制备步骤是将镓酞菁化合物溶解于良溶剂以制备溶液的步骤。

[0108] 通过溶液制备步骤得到的溶液优选是其中镓酞菁化合物充分溶解的溶液。借助于充分的溶解,可以得到具有高晶形纯度的镓酞菁化合物晶体。

[0109] 对可用于溶液制备步骤的镓酞菁化合物没有特别限制,可使用所期望的镓酞菁化合物。例如,在制造本发明示例性实施例的 II 型氯镓酞菁晶体的情况下,考虑到合成的容易性和可用性,优选的是 I 型氯镓酞菁,并且在本发明示例性实施例中制造 V 型羟基镓酞菁晶体的情况下,考虑到合成的容易性和可用性,优选的是 I 型羟基镓酞菁。

[0110] 良溶剂是镓酞菁化合物的良溶剂,并且是允许镓酞菁化合物的高溶解度的溶剂。此外,随后描述的镓酞菁化合物的不良溶剂是允许镓酞菁化合物低溶解度或不溶解镓酞菁化合物的溶剂。

[0111] 镓酞菁化合物的良溶剂的具体优选实例包括介电常数为 30 或更大的非质子性极性溶剂,例如 N-甲基吡咯烷酮、二甲亚砜、二甲基乙酰胺、二甲基磺酰胺和 N,N-二甲基甲酰胺。

[0112] 可以单独使用一种类型的良溶剂,或者可以将两种或多种类型的良溶剂组合使用。

[0113] 就镓酞菁化合物和良溶剂之间的混合比例而言,优选的是相对于每 1 重量份的镓酞菁化合物,良溶剂为约 20 到约 10,000 重量份、更优选为约 30 到约 5,000 重量份。在上述范围内,镓酞菁化合物大量溶解并且生产率优良。

[0114] 溶液的液体粘度优选是 250mPa · s 或更低。在溶解之后,优选的是将溶液经过过滤或离心分离处理,以除去不溶性物质。

[0115] 对于在溶液制备步骤中制备溶液,可适当地使用已知的混合装置或已知的搅拌装置。

[0116] 在溶液制备步骤中制备溶液时,在将镓酞菁化合物与良溶剂混合之后,优选的是使用已知的过滤装置例如过滤器和纸过滤器、或已知的离心分离装置除去不溶性物质或杂质。过滤器的具体实例包括聚四氟乙烯制的膜过滤器。过滤器或纸过滤器的孔径大小优选为 0.10 到 0.50 μm 。

[0117] 还优选的是在将镓酞菁化合物和良溶剂混合时进行加热。此外,根据需要,可以在加热溶液的同时引入晶体形成步骤的微型反应器。这时,优选的是在微型反应器中也保持液体温度。

[0118] 优选的是使用微型反应器制备可用于溶液制备步骤的镓酞菁化合物。就微型反应器而言,可适当地使用随后关于晶体形成步骤描述的微型反应器。

[0119] 在制造颜料或颜料液体分散体的常规方法中,重复地进行干燥步骤和分散(或磨

碎)步骤。然而,在使用微型反应器的情况下,无须重复这些步骤。

[0120] 例如,在使用酸糊化的粒化步骤使用微型反应器,并且使溶液通过微混合器时,可以非常有效地制造出高纯度的镓酞菁化合物,该微混合器中设置有离子交换膜或过滤器,以进行洗涤和除去作为反应副产物而产生的诸如硫酸铵等盐。

[0121] 为了增加颜料浓度和连续地进行晶体形成步骤,优选地使用微型反应器进行溶剂置换。

[0122] 在晶体形成步骤完成之后,优选地使用不同的溶剂同时进行溶剂置换和洗涤,并且更优选的是使用微型反应器进行洗涤。

[0123] 还可以在洗涤之后不进行干燥步骤,进行溶剂置换以置换为用于制备涂层溶液(所述涂层溶液用于制造感光体)的溶剂,并将该溶液与其中溶解有树脂的溶液混合并且调节为预定的颜料浓度,更优选的是使用微型反应器进行溶剂置换。

[0124] 在使用微型反应器连续地进行这一系列步骤时,抑制了干燥步骤中颜料的聚集并且得到具有窄粒度分布和小粒径的液体分散体。

[0125] 此外,在洗涤步骤中,在颜料通过微通道(通道的一半由离子交换膜或具有微孔的过滤器组成)时,颜料在通道的外侧流动,包含杂质的液体从离子交换膜或过滤器的内侧排出系统,从而增强洗涤效率并且减少离子交换膜的劣化或过滤器的堵塞。

[0126] 在制造镓酞菁化合物颗粒时,在将静止混合器用于将颜料溶解在诸如硫酸等溶剂中并且将溶液加入到水或碱性水溶液中以形成颗粒的粒化过程(酸糊化)时,可以以良好的效率形成颗粒。

[0127] 为此,这些方法的具体优选的实例包括在圆筒形通道中布置一个或多个成螺旋形的扭曲板的方法。此外,优选的是通过对成螺旋形的扭曲板进行布置并且在中途反转扭曲方向而使硫酸溶液和水或碱性水溶液形式的颜料沿一个方向旋转,然后沿相反方向旋转。该示例性实施例有利于增强搅拌混合的作用。

[0128] 优选的是布置成螺旋形的板的数目为1到8,更优选的是2到4。螺旋形的板在伸出方向的长度优选为圆筒形通道的半径的30%到90%,更优选的是50%到80%,这是因为可以通过产生充分高的旋转力进行适当的混合的缘故。对于螺距没有特别限制,可以根据目的而变化。

[0129] (晶体形成步骤)

[0130] 在该示例性实施例的镓酞菁晶体的制造方法中,晶体形成步骤是下述步骤:即,在微型反应器中将镓酞菁化合物的不良溶剂与溶液制备步骤中制备的溶液混合,以得到镓酞菁化合物晶体。

[0131] 镓酞菁化合物的不良溶剂是允许镓酞菁化合物的低溶解度的溶剂或不允许镓酞菁化合物溶解的溶剂。

[0132] 对于镓酞菁化合物的不良溶剂的具体优选的实例而言,除了非极性溶剂例如己烷、苯和甲苯之外,还包括水、丙酮、甲乙酮和甲基异丁基酮。在这些溶剂中,更优选的是水。特别地,水优选地为离子交换水。

[0133] 可以单独使用一种类型的不良溶剂,或者可以将两种或多种类型的不良溶剂组合使用。

[0134] 在晶体形成步骤中,在微型反应器中将溶液制备步骤中得到的溶液与不良溶剂混

合,以得到酞菁化合物的晶体。

[0135] 用于该示例性实施例的微型反应器是用于进行化学反应的小型的三维结构体。微型反应器有时称为微通道反应器,并且用于混合目的的微型反应器有时称为微混合器。

[0136] 这种反应装置近年来受到关注并且在例如 Wolfgang Ehrfeld, Volker Hessel and Holger Loewe, *Microreactors New Technology for Modern Chemistry*, WILEY-VCH (2000) 中有所描述。

[0137] 在结晶形成步骤中,例如可以适当地使用以下微型反应器。

[0138] 图 1 是示出具有微型反应器的装置的一个实例的示意构造图,该微型反应器适合用于该示例性实施例的镓酞菁晶体的制造方法。

[0139] 图 1 中所示的装置 10 包括两个槽 12 和 16、微型反应器 20、送液泵 P1 和 P2、容器 24 以及连接这些装置的通道。

[0140] 槽 12 容纳通过将镓酞菁化合物溶解在良溶剂中制备的溶液作为第一流体 14,而槽 16 容纳镓酞菁化合物的不良溶剂作为第二流体 18。

[0141] 槽 12 中的第一流体 14 和槽 16 中的第二流体 18 分别通过送液泵 P1 和 P2 泵入通道 L1 和 L2 并输送到微型反应器 20 中,并且这些流体在通道 L3 中汇合。在通道 L3 中,进行镓酞菁化合物的结晶,并且得到包含镓酞菁晶体的混合溶液 22。混合溶液 22 被回收在容器 24 中。

[0142] 在微型反应器 20 中布置有加热器 26,并且该微型反应器 20 的温度通过温度控制单元 28 进行调节。作为加热器,可以使用金属电阻、多晶硅等,并且可以将加热器 26 内置于该单元内。根据需要,加热器 26 可以为另外的加热单元,或者也可以为冷却装置或温度调节单元。此外,为了控制温度,可以将整个装置 10 或整个微型反应器 20 置于温度受控的容器中。

[0143] 微型反应器 20 的通道 L1、L2 和 L3 是微规模的。

[0144] 可以通过微细加工技术适当地在固体基板上制造出这种微型反应器 20。

[0145] 对于微细加工技术没有特别限制,但是这些加工技术的实例包括使用 X 射线的 LIGA 技术、利用光刻技术而使用抗蚀部分作为结构体的方法、进一步蚀刻抗蚀部分中的开口的方法、微放电加工方法、激光加工方法以及使用由硬质材料例如金刚石形成的微工具的机械显微硬度划痕方法。可以单独使用这些技术之中的一种,或者可将其其中的一些技术组合使用。

[0146] 在微型反应器 20 中的通道 L1 和 L2 的接合点处,第一流体 14 的温度优选为 30°C 或更高,更优选为 35°C 或更高,更优选为 40°C 或更高。在通道 L1 和 L2 的接合点处的第二流体 18 的温度优选为 30°C 或更低,更优选为 20°C 或更低。就微型反应器 20 的通道 L3 中的流体温度而言,其优选的温度范围与第二流体相同。

[0147] 顺便地,调节每种流体的温度为不引起溶液固化的温度。

[0148] 图 2 是示出具有双管式微型反应器的装置的一个实例的示意构造图,该双管式微型反应器适合用于该示例性实施例的镓酞菁晶体的制造方法。

[0149] 图 3 是示出图 2 的双管式微型反应器的扩大示意图。

[0150] 图 2 中所示的装置 40 包括两个槽 42 和 54、双管式微型反应器 60、送液泵 P3 和 P4、容器 70 以及连接这些装置的通道。

[0151] 装备有用于温度控制的夹套 44 的槽 42 容纳通过将镓酞菁化合物溶解在良溶剂中制备的溶液作为第一流体 46, 以及装备有用于温度控制的夹套 58 的槽 54 容纳镓酞菁化合物不良溶剂作为第二流体 58。此外, 槽 42 具有由旋转驱动机构 48、旋转轴 50 和多个固定于旋转轴 50 上的搅拌桨叶 52 构成的搅拌装置。根据需要, 该搅拌装置可被装备在每个槽中。

[0152] 槽 42 中的第一流体 46 和槽 54 中的第二流体 58 分别通过送液泵 P3 和 P4 泵入通道 L4 和 L5, 并且输送到微型反应器 60 中。从通道 L4 和 L5 输送的第一流体 46 和第二流体 58 通过连接部分 62 分别输送到通道 L6 和 L7。第一通道形成部件 64 形成通道 L6, 位于该第一通道形成部件 64 外周的第二通道形成部件 66 形成具有环状横截面形状 of 的通道 L7。通过通道 L6 输送的第一流体 46 和通过通道 L7 输送的第二流体 58 在位于通道 L6 的端部 74 下游的具有圆形截面形状 of 的通道 L8 处汇合。在通道 L8 中, 进行镓酞菁化合物的结晶, 并且得到包含镓酞菁晶体的混合溶液 68。混合溶液 68 穿过用于调节排放速度的阀 72 并且被回收在容器 70 中。

[0153] 双管式微型反应器的流出速度有时由于重力作用而增加超过预定速度, 使得难以在通道中形成层流, 因此, 如图 2 所示, 在通道 L8 的端部 78 上安装用于调节排放速度的阀 72, 从而可以形成层流。通过设置用于调节排放速度的阀 72, 即使当流速增加时也可以容易地形成层流, 并且这适合于高速和 / 或大规模处理。

[0154] 第一通道形成部件 64 的内径和外径以及第二通道形成部件 66 的内径 (也就是通道 L6、L7 和 L8 的直径) 如果是微规模的 (2, 000 μm 或更小), 则通道的直径各自可为足够的, 也可以根据需要适当地选择通道直径。

[0155] 从连接部分的端部 76 到通道 L6 的端部 74 的长度 H1 和从连接部分的端部 76 到通道 L8 的端部 78 的长度 H2 各自可以通过考虑镓酞菁化合物结晶的进度而适当地选择。

[0156] 除了图 1、2 和 3 中所示的微型反应器之外, 优选的可用于结晶形成步骤的微型反应器的实例包括在 JP-A-2005-288254 和 JP A-2006-342304 中描述的微型反应器、在 JP-T-9-512742 (如本文中使用的术语 "JP-T" 是指 "PCT 专利申请的公布日语译文") 和国际公开 No. 00/76648 小册子中公开的微混合器、以及购自德国的 IMM (Institut fuer Mikrotechnik Mainz GmbH) 和 Forschungs-zentrum Karlsruhe 的那些微型反应器。

[0157] 如果微型反应器是微规模的, 则微型反应器中通道的直径或长边 (通道尺寸) 可为足够的, 并且在每个通道中, 直径或长边为 2, 000 μm 或更小, 优选为 10 到 1, 000 μm , 更优选为 30 到 500 μm 。顺便地, 当通道的横截面不是圆形或正方形或矩形时, 通道直径定义为根据通过垂直于流向的表面切割通道而获得的横截面积所确定的等效圆的尺寸 (直径)。

[0158] 通道的深度优选为 10 到 500 μm 。

[0159] 通道的长度可通过考虑镓酞菁化合物结晶进度而适当地选择。

[0160] 对于通道的形状没有特别限制, 例如, 垂直于流向方向上的横截面形状可为期望的形状, 例如圆形、椭圆形、多边形 (包括矩形)、环形或桶形 (barrel)。

[0161] 对于溶液 (即在溶液制备步骤中制备的溶液, 以下同) 和不良溶剂各自的液体输送速度没有特定限制, 可以根据通道尺寸、溶液浓度、通道温度等适当地选择不使镓酞菁的结晶化引起任何故障的速度。

[0162] 溶液的液体输送速度 V_1 和不良溶剂的液体输送速度 V_2 优选满足下式 (1) 表示的

条件：

[0163] $1 \leq (V_2/V_1) \leq 20$ (1)

[0164] 当 V_2/V_1 在上述范围内时，镓酞菁化合物的结晶化顺利并连续地进行。

[0165] 微型反应器的材料可为任何材料，只要其不在液体（例如上述的溶液或不良溶剂）输送过程中和镓酞菁化合物的结晶化过程中产生任何问题即可，材料的实例包括金属、陶瓷、玻璃、熔融石英、硅树脂和合成树脂。也可使用具有耐溶剂性的合成树脂、或经过耐溶剂处理的合成树脂。

[0166] 这些材料中，优选的是熔融石英和合成树脂。考虑到优良的耐热性和耐化学性，更优选的是玻璃和熔融石英，而考虑到可加工性，更优选的是合成树脂。

[0167] 从耐冲击性、耐热性、耐化学性、透明度等方面考虑，可用作微型反应器材料的特别优选的合成树脂的实例包括聚酯树脂、苯乙烯树脂、丙烯酸树脂、苯乙烯-丙烯酸树脂、有机硅树脂、环氧树脂、基于二烯的树脂、酚醛树脂、萘烯树脂、香豆素树脂、酰胺树脂、酰胺酰亚胺树脂、丁醛树脂、聚氨酯树脂以及乙烯-醋酸乙烯树脂，更优选的是环氧树脂。

[0168] 此外，就热固性树脂、可热固的树脂和热塑性树脂而言，根据需要，也可适当地使用在 Kobunshi Dai-Jiten (Comprehensive Dictionary of Polymers), Maruzene (1994) 中描述的那些树脂。

[0169] 可根据所需要用途适当地设定微型反应器的尺寸。

[0170] 根据用途，微型反应器可以有具有例如分离、纯化、分析和洗涤功能的部位。

[0171] 此外，在微型反应器中，根据需要，优选的是设置例如用于将液体输送到每个通道中的液体输送口、以及用于从微型反应器回收液体的回收口。

[0172] 此外，可根据用途，通过将多个微型反应器组合、或将微型反应器与具有例如分离、纯化、分析或洗涤功能的单元、液体输送单元、回收单元、另一个微通道装置等组合来构建适合用于该示例性实施例的镓酞菁晶体的制造方法的装置或系统。

[0173] （感光体）

[0174] 本发明示例性实施例的感光体具有包含镓酞菁晶体的功能层，该功能层包括例如本发明示例性实施例的 II 型氯镓酞菁晶体或本发明示例性实施例的 V 型羟基镓酞菁晶体。

[0175] 以下，“本发明示例性实施例的 II 型氯镓酞菁晶体和 / 或本发明示例性实施例的 V 型羟基镓酞菁晶体”有时称为“本发明示例性实施例的镓酞菁晶体”。

[0176] 该示例性实施例的感光体优选包含本发明示例性实施例的镓酞菁晶体作为功能层中的电荷生成材料。

[0177] 该示例性实施例的感光体可以适合于用作电子照相感光体。

[0178] 该示例性实施例的感光体中的功能层可由单层或两个或多个层构成，并且优选为感光层。

[0179] 感光层可由单层或两个或多个层构成，并且优选为通过将电荷生成层与电荷传输层层叠而得到的层，更优选为通过将包含本发明示例性实施例的 II 型氯镓酞菁晶体或本发明示例性实施例的 V 型羟基镓酞菁晶体的电荷生成层与电荷传输层层叠而得到的层。

[0180] < 感光体的层结构 >

[0181] 该示例性实施例的感光体在导电基体上具有至少一个感光层。在这里，“在”导电基体上是足够的，只要感光层位于导电基体的上侧。也就是说，感光层不必须与导电基体接

触。感光层可与导电基体接触,或者可以在导电基体与感光层之间设置其它层。

[0182] 该示例性实施例的感光体中的感光层优选包含本发明示例性实施例的镓酞菁晶体作为电荷生成材料。

[0183] 以下参考附图描述优选的示例性实施例,但是该示例性实施例的感光体的层结构不限于此。在附图中,相同的或对应的部分由相同的参考标号或符号表示,并且省略了多余的描述。

[0184] (1) 第一示例性实施例

[0185] 图 4 是示出该示例性实施例的感光体的第一示例性实施例的剖视图。

[0186] 如图 4 所示,感光体 1 由导电基体 2、感光层 3 以及构成感光层 3 的电荷生成层 5 和电荷传输层 6 构成。

[0187] (2) 第二示例性实施例

[0188] 图 5 是示出该示例性实施例的感光体的第二示例性实施例的剖视图。

[0189] 如图 5 所示,感光体 1 由导电基体 2、底层 (subbing layer,或称作“胶层”)4、感光层 3 以及构成感光层 3 的电荷生成层 5 和电荷传输层 6 构成。底层 4 是至少包含金属氧化物颗粒和粘合剂的层。

[0190] (3) 第三示例性实施例

[0191] 图 6 是示出该示例性实施例的感光体的第三示例性实施例的剖视图。

[0192] 图 6 中所示的感光体 1 具有与图 5 中所示的感光体 1 相同的结构,不同之处在于在感光层 3 上设置有保护层 7。保护层 7 用于防止在对感光体 1 进行充电时电荷传输层 6 发生化学变化或者更进一步改善感光层 3 的机械强度。保护层 7 可以以如下方式形成:通过将导电材料添加到适当的粘合剂中以制备涂层溶液,并将涂层溶液涂布在感光层 3 上。

[0193] (4) 第四示例性实施例

[0194] 图 7 是示出该示例性实施例的感光体的第四示例性实施例的剖视图。

[0195] 图 7 所示的感光体 1 具有与图 5 所示的感光体 1 相同的结构,不同之处在于在感光层 3 和底层 4 之间设置有中间层 8。设置中间层 8 用于提高感光体 1 的电气特性、提高图像质量以及提高感光层 3 的粘着性。对中间层 8 的构成物质没有特别限制,可以任意地选自合成树脂、有机物质或无机物质的粉末、电子传输物质等。

[0196] 在该示例性实施例的感光体中,在感光层由两层(电荷生成层和电荷传输层)构成时,布置在用于获得高分辨率的电荷生成层上侧的层的厚度优选为 $50\mu\text{m}$ 或更小,更优选为 $40\mu\text{m}$ 或更小。在其中电荷传输层是厚度为 $20\mu\text{m}$ 或更小的薄膜的情况下,构造为使得在电荷传输层上布置与底层相似的高强度保护层的感光体特别有效。

[0197] <感光层(电荷生成层)>

[0198] 构成感光层的电荷生成层是以如下方式形成的:将本发明示例性实施例的镓酞菁晶体(作为电荷生成材料)与有机溶剂和粘合剂一起分散,并且对得到的分散体进行涂布(以下有时称为“分散涂布”)。在通过分散涂布形成电荷生成层的情况下,电荷生成材料与有机溶剂、粘合剂、添加剂等一起分散,并对得到的液体分散体进行涂布,从而形成电荷生成层。

[0199] (1) 电荷生成材料

[0200] 就用于该示例性实施例的感光体的电荷生成层的电荷生成材料而言,至少使用本

发明示例性实施例的镓酞菁晶体。电荷生成材料优选地仅是本发明示例性实施例的镓酞菁晶体。

[0201] 可用于与该示例性实施例的感光体组合的不同于本发明示例性实施例的镓酞菁晶体的电荷生成材料的实例包括：除了本发明示例性实施例的镓酞菁晶体之外的酞菁颜料、偶氮颜料例如氯丹蓝 (chlorodian blue)、苯醌颜料例如蒽嵌蒽醌溴化物和芘醌 (pyrenequinone)、酞菁颜料 (quinocyanine pigment)、二萘嵌苯颜料、靛青颜料、二苯并咪唑颜料、吡咯并吡咯颜料、萘盐 (azuleniumsalt)、方酸 (squarylium) 和喹吖啶酮。

[0202] (2) 粘合剂

[0203] 可用于电荷生成层的粘合剂 (粘结剂树脂、粘合树脂) 的实例包括聚碳酸酯、聚苯乙烯、聚砜、聚酯、聚酰亚胺、聚酯碳酸酯、聚乙烯醇缩丁醛、甲基丙烯酸酯共聚物、醋酸乙烯酯均聚物或共聚物、纤维素酯、纤维素醚、聚丁二烯、聚氨酯、苯氧基树脂、环氧树脂、有机硅树脂、氟树脂及其部分交联的固化产物。

[0204] 可单独使用可用于电荷生成层的这些粘合剂中的一种,或者可以将这些粘合剂中的两种或多种组合使用。

[0205] 3) 溶剂

[0206] 可用于制造电荷生成层的溶剂优选为其中本发明示例性实施例的镓酞菁晶体具有低溶解度的溶剂。该溶剂的具体实例包括甲醇、乙醇、正丁醇、丙酮、甲乙酮、环己酮、乙酸甲酯、乙酸正丁酯、二氧己烷、甲苯、二甲苯和水。可以单独使用这些溶剂的一种,或者可以使用这些溶剂中的两种或多种的混合物。

[0207] (4) 混合量

[0208] 粘合剂溶液中的固体物的浓度优选为 0.1 到 10wt% (按重量百分比计,下同),更优选为 1.0 到 7.0wt%。在上述范围内,借助于液体分散体中电荷生成材料的适当量,得到良好的感光度,另外,由于液体分散体的适当粘性,因而涂布感光体时的生产率高。

[0209] 电荷生成材料和溶剂的混合溶液中的固体物的浓度优选为 0.1 到 20wt%,更优选为 1 到 15wt%。在上述范围内,薄膜涂层的粘着性或接触性良好,从而得到在感光度或循环稳定性方面优良的电荷生成层。

[0210] 电荷生成材料和溶剂优选预先经过分散处理。在这种情况下,进行分散处理的方法的实例包括砂磨机、胶体磨、碾磨机、球磨机、珠磨机 (Dyno mill)、高压匀浆器、超声分散器、co-ball mill 砂磨机和辊压机。

[0211] (5) 涂布方法

[0212] 就用于设置电荷生成层的涂布方法而言,可使用普通的方法,例如刮涂、线棒涂布、喷涂、浸涂、珠涂 (bead coating)、气刀涂布和幕帘涂布等。在涂布电荷生成层之后,通过在干燥器中干燥或自然干燥除去薄膜中的溶剂。干燥温度和时间可以任意地设定。

[0213] (6) 添加剂

[0214] 为了预防感光体由于图像形成装置中产生的臭氧或氧化性气体或由于光和热而劣化,可以向该示例性实施例的感光体的感光层中加入添加剂,例如抗氧化剂、光稳定剂和/或热稳定剂。

[0215] 抗氧化剂的实例包括受阻酚、受阻胺、对苯二胺、芳基烷、氢醌、螺色满 (spirochroman)、螺茛满酮 (spiroindanone) 及其衍生物、有机硫化化合物和有机磷化合物。

[0216] 抗氧化剂的具体实例包括甲酚、苯乙烯酚、正十八烷基-3-(3',5'-二叔丁基-4'-羟基苯基)丙酸酯、2,2'-亚甲基-双(4-甲基-6-叔丁基苯酚)、2-叔丁基-6-(3'-叔丁基-5'-甲基-2'-羟基苄基)-4-甲基苯基丙烯酸酯、4,4'-亚丁基-双(3-甲基-6-叔丁基苯酚)、4,4'-硫代-双-(3-甲基-6-叔丁基苯酚)、1,3,5-三(4-叔丁基-3-羟基-2,6-二甲基苄基)异氰尿酸酯、四[亚甲基-3-(3',5'-二叔丁基-4'-羟基苯基)丙酸酯]甲烷、以及3,9-双{2-[3-(3-叔丁基-4-羟基-5-甲基苯基)丙酰基-氧基]-1,1-二甲基乙基}-2,4,8,10-四氧杂螺[5,5]十一烷。

[0217] 基于受阻胺的化合物的实例包括双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)癸二酸酯、双-(1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶基)癸二酸酯、1-{2-[3-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酰基氧基]乙基}-4-[3-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酰基氧基]-2,2,6,6-四甲基哌啶、8-苄基-7,7,9,9-四甲基-3-辛基-1,3,8-三氮杂螺[4,5]-十一烷-2,4-二酮、4-苯甲酰基-氧基-2,2,6,6-四甲基哌啶、二甲基琥珀酸酯-1-(2-羟基乙基)-4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶缩聚物、聚-[{6-(1,1,3,3-四甲基丁基)亚胺基-1,3,5-三嗪-2,4-二戊基}]{(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)亚胺基}六亚甲基{(2,3,6,6-四甲基-4-哌啶基)亚胺基}](poly-[{6-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)imino-1,3,5-triazine-2,4-diimyl}]{(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl)imino}hexamethylene{(2,3,6,6-tetramethyl-4-piperidyl)imino}])、2-(3,5-二叔丁基-4-羟基苄基)-2-正丁基丙二酸双(1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶基)、以及N,N'-双-{3-氨基丙基}乙二胺-2,4-双[N-丁基-N-(1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶基)氨基]-6-氯-1,3,5-三嗪缩合物。

[0218] 基于有机硫的抗氧化剂的实例包括3,3'-硫代双丙酸二月桂酯、3,3'-硫代二丙酸二肉豆蔻酯、3,3'-硫代二丙酸双十八酯、季戊四醇-四((β-月桂基-硫代丙酸酯)、3,3'-硫代二丙酸双十三酯以及2-巯基苯并咪唑。

[0219] 基于有机磷的抗氧化剂的实例包括三壬基苯基亚磷酸酯、三苯基亚磷酸酯、以及三(2,4-二叔丁基苯基)亚磷酸酯。

[0220] 基于有机硫和基于有机磷的抗氧化剂被称为副抗氧化剂，并且在与主抗氧化剂例如基于苯酚的或基于胺的抗氧化剂组合使用时，可以获得协同效应。

[0221] 光稳定剂包括基于二苯甲酮的、基于苯并三唑的、基于二硫代氨基甲酸酯的和基于四甲基-哌啶的衍生物。

[0222] 基于二苯甲酮的光稳定剂的实例包括2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮、2-羟基-4-辛氧基二苯甲酮、以及2,2'-二羟基-4-甲氧基二苯甲酮。

[0223] 基于苯并三唑的光稳定剂的实例包括2-(2'-羟基-5'-甲基苯基)-苯并三唑、2-[2'-羟基-3'-(3'',4'',5'',6''-四氢邻苯二甲酰亚胺基甲基)-5'-甲基苯基]-苯并三唑、2-(2'-羟基-3'-叔丁基-5'-甲基苯基)-5-氯苯并三唑、2-(2'-羟基-3'-叔丁基-5'-甲基苯基)-5-氯苯并三唑、2-(2'-羟基-3',5'-叔丁基苯基)苯并三唑、2-(2'-羟基-5'-叔辛基苯基)苯并三唑、以及2-(2'-羟基-3',5'-二叔戊基苯基)苯并三唑。

[0224] 其它化合物的实例包括2,4-二叔丁基苯基-3',5'-二叔丁基-4'-羟基苯甲酸酯和二丁基二硫代氨基甲酸镍。

[0225] 另外，感光层可包含至少一种电子接受物质，用于提高感光度、减少残余电位、减少重复使用时的疲劳等。

[0226] 可用于该示例性实施例的电子接受物质的实例包括琥珀酸酐、马来酐、二溴代马来酐、酞酐、四溴邻苯二甲酸酐、四氰基乙烯、四氰基对苯二醌二甲烷、邻二硝基苯、间二硝基苯、四氯苯醌、二硝基蒽醌、三硝基茚酮、苦味酸、邻硝基苯甲酸、对硝基苯甲酸以及酞酸。在这些电子接受物质中,优选的是基于茚酮或基于苯醌的化合物和包含吸电子基(例如-Cl、-CN和-NO₂)的苯衍生物。此外,在用于形成感光层的涂层溶液中,也可加入少量硅油作为均化剂,用于提高薄膜涂层的平坦性。

[0227] <感光层(电荷传输层)>

[0228] 电荷传输层包括电荷传输材料和粘合剂。

[0229] (1) 电荷传输材料

[0230] 该示例性实施例的感光体中的电荷传输层包含电荷传输材料。

[0231] 对于包含在电荷传输层中的电荷传输材料没有特别限制,可以使用已知的物质。

[0232] 电荷传输材料的实例包括空穴输送物质,例如噁二唑衍生物(例如,2,5-双(对-二乙基氨基苯基)-1,3,4-噁二唑)、吡唑啉衍生物(例如,1,3,5-三苯基-吡唑啉、1-[吡啶基-(2)]-3-(对-二乙基氨基苯乙基)-5-(对-二乙基氨基苯乙基)吡唑啉)、芳族叔氨基化合物(例如,三苯基胺、三(对甲基)苯基胺、N,N'-双(3,4-二甲基苯基)联苯基-4-胺、二苄基苯胺、9,9-二甲基-N,N'-二(对腈)-茚酮-2-胺)、三甲酰基苯基胺芳族的叔二氨基化合物(例如,N,N'-二苯基-N,N'-双(3-甲基苯基)-(1,1-二苯基)-4,4'-二胺)、1,2,4-三嗪衍生物(例如,3-(4'-二甲基氨基苯基)-5,6-二-(4'-甲氧基苯基)-1,2,4-三嗪)、脲衍生物(例如,4-二乙基氨基苯甲醛-1,1-二苯基脲、4-二苯基氨基苯甲醛-1,1-二苯基脲、[对-(二乙基氨基)苯基](1-萘基)苯基脲)、喹唑啉衍生物(例如,2-苯基-4-苯乙基-喹唑啉)、苯并呋喃衍生物(例如,6-羟基-2,3-二(对-甲氧基苯基)苯并呋喃)、 α -二苯乙烯衍生物(例如,对-(2,2-二苯基乙基)-N,N'-二苯基苯胺)、烯胺衍生物、咪唑衍生物(例如,N-乙基咪唑)以及聚-N-乙基咪唑或其衍生物;以及电子传输物质,例如基于苯醌的化合物(例如,四氯苯醌、四溴代对苯醌、蒽醌)、基于四氰基对苯二醌二甲烷的化合物、基于茚酮的化合物(例如,2,4,7-三硝基茚酮、2,4,5,7-四硝基-9-茚酮)、基于噁二唑的化合物(例如,2-(4-联苯基)-5-(4-叔丁基苯基)-1,3,4-噁二唑、2,5-双(4-萘基)-1,3,4-噁二唑、2,5-双(4-二乙基氨基苯基)-1,3,4-噁二唑)、基于咕吨酮的化合物、基于噻吩的化合物以及基于二苯酚合苯醌的化合物(例如,3,3',5,5'-四叔丁基二苯酚合苯醌)。此外,电荷传输材料的实例包括在主链或侧链具有上述化合物的基本结构的聚合物。

[0233] 可以单独使用这些电荷传输材料中的一种,或者将这些电荷传输材料中的两种或多种组合使用。

[0234] 电荷传输材料可为市售的化合物或可以合成。

[0235] 在合成电荷传输材料的情况下,优选使用微型反应器合成电荷传输材料。微型反应器的优选实例包括上述那些反应器。

[0236] 使用微型反应器合成的实例包括三甲酰基三苯基胺的合成。

[0237] 通常,在其中使用三氯氧磷和二甲基甲酰胺进行三甲酰基化以合成使用三苯基胺的电荷传输材料的情况下,由于产生二甲酰形式和三甲酰形式的混合物,因而作为目的物的三甲酰基-三苯基胺的收率低并且纯度低到约70%。然而,在这种反应中使用微型反应

器时,收率得到提高。

[0238] 具体地,相对于三苯基胺,使二甲基甲酰胺和三氯氧磷的 1 : 1 混合物以反应部位的 5 倍当量或更多倍进行反应。这时,通过使用微混合器或微反应器,三甲酰基形式的目的物的收率增加到 80% 或更多。

[0239] (2) 粘合剂

[0240] 对于包含在电荷传输层中的粘合剂没有特别限制,可使用已知的粘合剂,但是优选的是能够形成电绝缘薄膜的树脂。粘合剂的实例包括聚碳酸酯树脂、聚酯树脂、甲基丙烯酸树脂、丙烯酸树脂、聚氯乙稀树脂、聚偏二氯乙烯树脂、聚苯乙烯树脂、聚乙酸乙烯酯树脂、苯乙烯-丁二烯共聚物、氯乙烯-丙烯腈共聚物、氯乙烯-乙酸乙烯酯共聚物、氯乙烯-乙酸乙烯酯-马来酐共聚物、有机硅树脂、有机硅改性醇酸树脂、酚醛树脂、苯乙烯-醇酸树脂、聚-N-吡啶、聚乙烯醇缩丁醛、聚乙烯基甲醛、聚砒、酪蛋白、明胶、聚乙烯醇、乙基纤维素、苯酚树脂、聚酰胺、羧甲基纤维素、基于偏二氯乙烯的聚合物蜡、以及聚氨酯。可以单独使用这些粘合剂树脂中的一种,或者将这些粘合剂树脂中的两种或多种混合并且使用。特别是,优选聚碳酸酯树脂、聚酯树脂、甲基丙烯酸树脂和丙烯酸树脂,这是因为这些粘合剂树脂在与电荷传输材料的相容性、在溶剂中的溶解度、以及强度方面是优良的。

[0241] (3) 混合比例

[0242] 粘合剂与电荷传输材料之间的混合比例(重量比)可以在考虑到电气特性的劣化和薄膜强度方面的降低之后任意地设定。电荷传输层的厚度优选为 5 到 50 μm ,更优选为 10 到 40 μm 。

[0243] (4) 制造方法

[0244] 可以通过如下方式形成电荷传输层:将电荷传输材料、有机溶剂、粘合剂等混合以制备涂层溶液,将涂层溶液涂布在电荷生成层上,并将薄膜涂层干燥。

[0245] 在制备用于形成电荷传输层的涂层溶液时,将电荷传输材料与有机溶剂、粘合剂等混合。就将电荷传输材料高度分散在液体中的方法而言,可以使用例如辊压机、球磨机、振动球磨机、碾磨机、砂磨机、胶体磨和涂料混合器等分散方法。

[0246] 此外,考虑到成膜性能,包含在用于形成电荷传输层的涂层溶液中的颗粒的粒径优选为 0.5 μm 或更小,更优选为 0.3 μm 或更小,更优选为 0.15 μm 。在颗粒的粒径为 0.5 μm 或更小时,电荷传输层的成膜性能优良并且很少产生图像质量缺陷。

[0247] 就形成电荷传输层的涂层溶液中使用的溶剂而言,可单独使用普通的有机溶剂,例如二氧杂环己烷、四氢呋喃、二氯甲烷、氯仿、氯苯以及甲苯等中的一种,或将这些溶剂中的两种和多种混合并且使用。

[0248] 就电荷传输层的涂布方法而言,可使用普通的方法,例如刮涂、线棒涂布、喷涂、浸涂、珠涂、气刀涂布和幕帘涂布等。

[0249] 此外,用于设置电荷传输层的涂布方法优选为使用浸涂装置的方法,在所述浸涂装置中,对通过至少分散电荷传输材料而制备的涂层溶液进行循环,并且在涂布溶液进行循环的循环系统的中途装备有微混合器或微型反应器。

[0250] <感光层(单层型)>

[0251] 由单层构成的感光层是包含以下物质的层,该物质同时包括分别包含在电荷生成层和电荷传输层中的电荷生成材料和电荷传输材料。在这种单层型感光层的情况下,相对

于感光层的总重量,电荷生成材料的含量优选为 0.1 到 50wt%,更优选为 1 到 20wt%。在上述范围内,得到适合的感光度并且不会产生诸如带电性降低等故障。

[0252] 此外,在单层型感光层的情况下,从与空穴输送物质的相容性的观点来看,粘合剂优选为聚碳酸酯树脂或甲基丙烯酸树脂。粘合剂树脂也可选自有机光电材料,例如聚-N-乙烯基咔唑、聚蒽乙烯、聚乙烯基嵌二萘和聚硅烷。可以单独使用这些粘合剂树脂中的一种、或者可以将这些粘合剂树脂中的两种或多种混合并使用。感光层也可以通过如下方式形成:将上述电荷生成材料、上述电荷传输材料、上述有机溶剂、粘合剂树脂等进行混合以制备涂层溶液,以与上述相同的方法将该涂层溶液涂布在导电基体上,并对薄膜涂层进行干燥。

[0253] 就单层型感光层的涂布方法而言,可使用普通的方法,例如刮涂、线棒涂布、喷涂、浸涂、珠涂、气刀涂布和幕帘涂布等。

[0254] < 导电基体 >

[0255] 对于导电基体没有特别限制,只要其具有导电性,并且可使用例如由铝、铜、铁、锌或镍形成的金属鼓、金属片或金属板即可。此外,可使用通过在聚合物制的片材、纸张、塑料或玻璃上汽相沉积例如铝、铜、金、银、铂、钯、钛、镍铬合金、不锈钢或铜铟等金属并进行导电处理而得到的鼓状的、或片状的或板状的基体。此外,也可使用通过在聚合物制的片材、纸张、塑料或玻璃上汽相沉积例如氧化铟等导电金属化合物或层压金属箔并进行导电处理而得到的鼓状的、或片状的或板状的基体。除了这些方法外,也可使用例如通过如下方式对鼓状的、片状的、板状的基体进行导电处理:将炭黑、氧化铟、氧化锡-氧化锑粉末、金属粉末、碘化亚铜等分散在粘合剂中,并且将粘合剂涂布在聚合物制的片材、纸张、塑料或玻璃上。

[0256] 在使用金属管作为导电基体的情况下,该金属管的表面可为未经处理的,但是优选的是通过镜面抛光、蚀刻、阳极氧化、粗加工、无心研磨、喷砂、湿法珩磨或着色预先处理的。通过实施表面处理以使基体表面变粗糙,可以防止在使用例如激光束等相干光时在感光体中产生木纹状的密度不规则。

[0257] < 底层 >

[0258] 该示例性实施例的感光体优选在导电基体与感光层之间具有底层,更优选的是底层包含无机颗粒。通过设置底层,可以防止电荷从支撑体注入到感光层中,从而可以防止出现例如黑点和白点等图像质量缺陷,并且可以提高导电基体和感光层之间的粘着性以改善耐久性。在底层中包含无机颗粒时,可以实现环境特性和循环特性的稳定化并防止莫尔条纹。

[0259] 此外,底层在防止图像质量缺陷方面起到主要作用,并且是用于减少由于基体的缺陷或污染或在感光层中的薄膜涂层缺陷或不均匀而引起的图像质量缺陷的重要的层。优选以如下方式形成底层:将上述经表面涂覆处理的金属氧化物颗粒、粘合剂和添加剂分散以制备用于底层的涂层溶液,并将该涂层溶液涂布在导电基体上。

[0260] (1) 金属氧化物颗粒

[0261] 在该示例性实施例中,优选的是将平均粒径为 $0.5\mu\text{m}$ 或更小的导电粉末用作金属氧化物颗粒。如本文中使用的粒径是指平均一次粒径。底层必须具有适当的电阻以便获得防漏性能,为此,优选的是金属氧化物颗粒具有约 10^2 到 $10^{11}\Omega\text{cm}$ 的粉末电阻。具体地,

优选使用具有上述电阻值的诸如二氧化钛、氧化锌和氧化锡等金属氧化物颗粒。在上述范围内,获得优良的防漏性能,并且可以抑制残余电位的增加。可以单独使用这些金属氧化物颗粒中的一种,或者将这些金属氧化物颗粒中的两种或多种混合并且使用。

[0262] 通过利用表面处理剂对金属氧化物颗粒进行表面处理,金属氧化物颗粒与树脂的湿润性和相容性得到改善,并且树脂的分散性有利地得到提高。用于该示例性实施例中的“金属氧化物颗粒的表面处理”是指通过表面处理剂与金属氧化物颗粒表面反应以覆盖金属氧化物颗粒表面的至少一部分。

[0263] 在该示例性实施例中用作表面处理剂的化合物的实例包括但不特别局限于:有机锆化合物,例如锆螯合物、烷氧基锆化合物和锆偶联剂;有机钛化合物,例如钛螯合物、烷氧基钛化合物和钛酸酯偶联剂;有机铝化合物,例如铝螯合物和铝偶联剂;反应性有机金属化合物,例如烷氧基锑化合物、烷氧基锗化合物、烷氧基铟化合物、铟螯合物、烷氧基锰化合物、锰螯合物、烷氧基锡化合物、锡螯合物、烷氧基铝硅化合物、烷氧基铝钛化合物和烷氧基铝锆化合物;以及硅烷偶联剂。在这些有机金属化合物中,优选的是有机锆化合物、有机钛化合物和有机铝化合物。具体地,由于残余电位低和表现出良好的电子照相特性,优选的是烷氧基锆化合物、锆螯合物、烷氧基钛化合物、钛螯合物和/或硅烷偶联剂。尤其是,在提高电气特性、提高环境稳定性和提高图像质量方面,更优选的是硅烷偶联剂。

[0264] 硅烷偶联剂可为任何硅烷偶联剂,只要得到期望的感光体特性即可。硅烷偶联剂的具体实例包括但不局限于:乙烯基三甲氧基硅烷、 γ -甲基丙烯酰氧基丙基-三(β -甲氧基乙氧基)硅烷、 β -(3,4-环氧基环己基)乙基三甲氧基硅烷、 γ -环氧丙氧基丙基-三甲氧基硅烷、乙烯基三乙氧基硅烷、 γ -巯基-丙基三甲氧基硅烷、 γ -氨基丙基三乙氧基硅烷、N- β -(氨基乙基)- γ -氨基丙基三甲氧基硅烷、N- β -(氨基乙基)- γ -氨基丙基甲基甲氧基硅烷、N,N-双(β -羟基乙基)- γ -氨基丙基三乙氧基硅烷以及 γ -氯丙基三甲氧基硅烷。此外,可以将这些硅烷偶联剂中的两种或多种混合并且使用。

[0265] 金属氧化物颗粒的表面处理也可在溶剂中进行。

[0266] 溶剂可任意地选自芳族化合物、卤代烃、酮、酮醇、醚和酯。例如,可使用普通的有机溶剂,例如二甲苯、甲苯、甲基溶纤剂、乙基溶纤剂、丙酮、甲乙酮、环己酮、乙酸甲酯、乙酸正丁酯、二氧杂环己烷、四氢呋喃、二氯甲烷、氯仿和氯苯等。就此处所用的溶剂而言,可以单独使用一种溶剂,或者可以将这些溶剂中的两种或多种混合并且使用。

[0267] 在该示例性实施例中,表面处理剂相对于金属氧化物颗粒的量优选为充分大以得到期望的电子照相特性的量。电子照相特性受表面处理之后附着于金属氧化物颗粒的表面处理剂的量所影响,并且在使用硅烷偶联剂的情况下,表面处理剂的添加量由荧光X射线分析中的Si强度和金属氧化物的主要金属元素的强度决定。荧光X射线分析中的Si强度优选为金属氧化物中主要金属元素强度的 1.0×10^{-5} 到 1.0×10^{-2} 倍。在上述范围内,可以抑制电荷从底层注入到感光层(电荷生成层)中并且可以抑制残余电位,因此获得优良的图像质量。

[0268] 表面处理后的金属氧化物颗粒可经过烘焙处理。这种处理允许表面处理剂的脱水缩合反应令人满意地进行。烘焙处理可在任意的温度条件下进行,只要温度足够高以得到期望的电子照相特性即可,但是在使用上述表面处理剂的情况下,烘焙处理优选在 100°C 或更高的温度下进行,更优选的是在 150 到 250°C 的温度下进行。在上述范围内,可以令人满

意地进行面处理剂的脱水缩合反应而不会发生由于加热引起的分解。此后,根据需要,将表面处理后的金属氧化物颗粒磨碎。通过这种处理,金属氧化物颗粒的聚集体可以被磨碎,因此可以提高底层中金属氧化物颗粒的分散性。

[0269] (2) 粘合剂

[0270] 就用于形成底层的涂层溶液的粘合剂(粘合剂树脂、粘合树脂)而言,可使用已知的聚合树脂化合物,例如缩醛树脂(例如,聚乙烯醇缩丁醛)、聚乙烯醇树脂、酪蛋白、聚酰胺树脂、纤维素树脂、明胶、聚氨酯树脂、聚酯树脂、甲基丙烯酸树脂、丙烯酸树脂、聚氯乙烯树脂、聚乙酸乙烯酯树脂、氯乙烯-乙酸乙烯酯-马来酐树脂、有机硅树脂、有机硅改性醇酸树脂、苯酚树脂、酚醛树脂、蜜胺树脂和聚氨酯树脂;具有电荷传输基团的电荷传输树脂;以及导电树脂例如聚苯胺。具体地,优选使用不溶解于覆盖层的涂层溶剂的树脂。尤其是,优选苯酚树脂、酚醛树脂、蜜胺树脂、聚氨酯树脂、环氧树脂等。用于形成底层的涂层溶液中金属氧化物颗粒与粘合剂之间的比例可以在其中获得期望的电子照相感光体特性的范围内任意地设定。

[0271] (3) 添加剂

[0272] 在用于形成底层的涂层溶液中,可使用各种添加剂来提高电气特性、提高环境稳定性和提高图像质量。可使用的添加剂的实例包括:电子传输化合物,例如醌化合物(例如,四氯苯醌、四溴代对苯醌、蒽醌)、四氰基对苯二醌二甲烷化合物、茚酮化合物(例如,2,4,7-三硝基茚酮,2,4,5,7-四硝基-9-茚酮),噁二唑化合物(例如,2-(4-联苯基)-5-(4-叔丁基苯基)-1,3,4-噁二唑,2,5-双-(4-萘基)-1,3,4-噁二唑,2,5-双(4-二乙基氨基苯基)-1,3,4-噁二唑),咕吨酮化合物、噻吩化合物以及二苯酚合苯醌化合物(例如,3,3',5,5'-四叔丁基二苯酚合苯醌);电子传输颜料,例如多环的缩合化合物和偶氮化合物;以及已知的材料,例如锆螯合物、钛螯合物、铝螯合物、烷氧基钛化合物、有机钛化合物和硅烷偶联剂。在这些添加剂中,优选诸如电子传输化合物和电子传输颜料等接受体化合物。

[0273] 锆螯合物的实例包括丁氧基锆、锆乙酰醋酸乙酯、锆三乙醇胺、乙酰基丙酮酸盐丁氧基锆、乙酰醋酸乙酯丁氧基锆、乙酸锆、乙二酸锆、草酸锆、乳酸锆、膦酸锆、辛酸锆、环烷酸锆、月桂酸锆、硬脂酸锆、异硬脂酸锆、异丁烯酸盐丁氧基锆、硬脂酸盐丁氧基锆以及异硬脂酸盐丁氧基锆。

[0274] 钛螯合物的实例包括四异丙基钛酸酯、四正丁基钛酸酯、钛酸丁酯二聚物、四(2-乙基己基)钛酸酯、乙酰丙酮钛、聚乙酰丙酮钛、辛基乙二醇钛(titanium octylene glycolate)、乳酸钛铵盐、乳酸钛、钛乳酸盐乙酯、钛三乙醇胺化物(titanium triethanolamine)以及多羟基硬脂酸钛。

[0275] 铝螯合物的实例包括:异丙醇铝、单丁氧基二异丙醇铝、丁酸铝、二乙基乙酰乙酸二异丙醇铝以及三(乙酰乙酸乙酯)铝(aluminum tris(ethyl acetoacetate))。

[0276] 硅烷偶联剂用于金属氧化物颗粒的表面处理,但是可另外作为添加剂加入涂层溶液。这里使用的硅烷偶联剂的具体实例包括:乙烯基三甲氧基硅烷、 γ -甲基丙烯酰氧基丙基-三(β -甲氧基-乙氧基)硅烷、 β -(3,4-环氧基环己基)乙基三甲氧基硅烷、 γ -环氧丙氧基氧基丙基三甲氧基硅烷、乙烯基三乙氧基硅烷、 γ -巯基丙基三甲氧基硅烷、 γ -氨基丙基三乙氧基硅烷、N- β -(氨基乙基)- γ -氨基丙基三甲氧基硅烷、N- β -(氨基

乙基)- γ -氨基丙基甲基甲氧基硅烷、N,N-双(β -羟基乙基)- γ -氨基丙基三乙氧基硅烷以及 γ -氯丙基三甲氧基硅烷。

[0277] 可以单独使用这些添加剂中的一种,或者将这些添加剂中的两种或多种混合并且使用。此外,可将添加剂作为多种化合物的混合物或缩聚物使用。

[0278] 相对于使用的金属氧化物颗粒的量,用于底层的添加剂的量优选为 0.1 到 10wt%。在上述范围内,分散性和涂层适应性得到改善,并且有利地获得例如增加感光度、降低残余电位和减少重复使用时的疲劳等的效果。

[0279] (4) 溶剂

[0280] 就用于制备形成底层时使用的涂层溶液的溶剂而言,可使用已知的有机溶剂。例如,溶剂可任意地选自醇、芳族化合物、卤代烃、酮、酮醇、醚和酯。可使用的有机溶剂的实例包括甲醇、乙醇、正丙醇、异丙醇、正丁醇、苄醇、甲基溶纤剂、乙基溶纤剂、丙酮、甲乙酮、环己酮、乙酸甲酯、乙酸乙酯、乙酸正丁酯、二氧杂环己烷、四氢呋喃、二氯甲烷、氯仿、氯苯以及甲苯。可以将用于分散体的这些溶剂中的一种单独使用,或者将这些溶剂中的两种或多种混合并且使用。在将溶剂混合的情况下,可使用任何溶剂,只要得到的混合溶剂可以溶解粘合剂即可。

[0281] (5) 分散方法

[0282] 作为用于将金属氧化物颗粒分散在粘合剂中的方法,可使用例如辊压机、球磨机、振动球磨机、碾磨机、砂磨机、胶体磨和颜料混合器等方法。

[0283] (6) 涂布方法

[0284] 就用于提供底层的涂布方法而言,可使用普通的方法,例如刮涂、线棒涂布、喷涂、浸涂、珠涂、气刀涂布和幕帘涂布等。通过使用如此获得的用于形成底层的涂层溶液在导电基体上成膜以形成底层。在涂布底层之后,优选通过在干燥器中干燥或通过自然干燥除去薄膜中的溶剂。干燥温度和时间可以根据需要任意地设定。

[0285] (7) 底层表面的硬度、厚度和表面粗糙度

[0286] 底层优选具有 35 或更高的维氏硬度。底层的厚度优选为 15 μm 或更厚,更优选为 20 到 50 μm 。此外,为了避免莫尔像(Moire image),将底层的表面粗糙度调节为用于曝光的激光波长 λ 的 $1/4n$ (n 为覆盖层的折射率) 到该波长 λ 的范围内。为了调节表面粗糙度,也可以向底层加入树脂颗粒。

[0287] 可使用的树脂颗粒的实例包括有机硅树脂颗粒和交联的聚甲基丙烯酸甲酯树脂(PMMA) 颗粒。

[0288] 此外,可将底层抛光以调节表面粗糙度。可使用的抛光方法的实例包括毡磨、喷砂、湿法珩磨和研磨。

[0289] < 中间层 >

[0290] 可以在底层和感光层之间设置中间层,该中间层用于提高电气特性、提高图像质量、提高图像质量可保存性、提高感光层的粘着性等。对于中间层的构成物质没有特别限制,可以任意地选自合成树脂、有机或无机物质粉末以及电子传输物质。

[0291] (1) 包含在中间层中的化合物

[0292] 包含在中间层中的化合物的实例包括:聚合树脂化合物,例如缩醛树脂(例如,聚乙烯醇缩丁醛)、聚乙烯醇树脂、酪蛋白、聚酰胺树脂、纤维素树脂、明胶、聚氨酯树脂、聚酯

树脂、甲基丙烯酸树脂、丙烯酸树脂、聚氯乙烯树脂、聚乙酸乙烯酯树脂、氯乙烯-乙酸乙烯酯-马来酐树脂、有机硅树脂、有机硅改性醇酸树脂、酚醛树脂以及蜜胺树脂；以及包含锆、钛、铝、锰或硅原子的有机金属化合物。可单独使用这些化合物中的一种，或者可使用这些化合物中的多种的混合物或缩聚物。尤其是，包含锆或硅的有机金属化合物在性能方面优良，例如残余电位低、由于环境引起的电位改变小、或者重复使用时电位变化较少。

[0293] 硅化合物的实例包括：乙烯基三甲氧基硅烷、 γ -甲基丙烯酰氧基丙基-三(β-甲氧基-乙氧基)硅烷、β-(3-(3,4-环氧基环己基)乙基三甲氧基硅烷、 γ -环氧丙氧基丙基三甲氧基硅烷、乙烯基三乙氧基硅烷、 γ -巯基丙基三甲氧基硅烷、 γ -氨基丙基三乙氧基硅烷、N-β-(氨基乙基)- γ -氨基丙基三甲氧基硅烷、N-β-(氨基乙基)- γ -氨基丙基甲基甲氧基硅烷、N,N-双(β-羟基乙基)- γ -氨基丙基三乙氧基硅烷以及 γ -氯丙基三甲氧基硅烷。在这些硅化合物中，优选的是乙烯基三乙氧基硅烷、乙烯基三(2-甲氧基乙氧基硅烷)、3-甲基丙烯酰氧基丙基三甲氧基硅烷、3-环氧丙氧基丙基三甲氧基硅烷、2-(3,4-环氧基环己基)乙基三甲氧基硅烷、N-2-(氨基乙基)-3-氨基-丙基三甲氧基硅烷、N-2-(氨基乙基)-3-氨基丙基-甲基二甲氧基硅烷、3-氨基丙基三乙氧基硅烷、N-苯基-3-氨基丙基三甲氧基硅烷、3-巯基丙基三甲氧基硅烷以及3-氯丙基三甲氧基硅烷。

[0294] 有机锆化合物的实例包括：丁氧基锆、锆乙酰醋酸乙酯、锆三乙醇胺、乙酰基丙酮酸盐丁氧基锆、乙酰醋酸乙酯丁氧基锆、乙酸锆、乙二酸锆、草酸锆、乳酸锆、膦酸锆、辛酸锆、环烷酸锆、月桂酸锆、硬脂酸锆、异硬脂酸锆、异丁烯酸盐丁氧基锆、硬脂酸盐丁氧基锆以及异硬脂酸盐丁氧基锆。

[0295] 有机钛化合物的实例包括：四异丙基钛酸酯、四正丁基钛酸酯、钛酸丁酯二聚物、四(2-乙基己基)钛酸酯、乙酰丙酮钛、聚乙酰丙酮钛、辛基乙二醇钛、乳酸钛铵盐、乳酸钛、钛乳酸盐乙酯、钛三乙醇胺化物以及多羟基硬脂酸钛。

[0296] 有机铝化合物的实例包括：异丙醇铝、单丁氧基二异丙醇铝、丁酸铝、二乙基乙酰乙酸二异丙醇铝以及三(乙酰乙酸乙酯)铝。

[0297] (2) 添加剂

[0298] 在中间层中，可以加入多种有机化合物或无机化合物的粉末，用于提高电气特性、提高光散射特性等。特别有效的化合物的实例包括：白色颜料，例如二氧化钛、氧化锌、锌华、硫化锌、铅白和锌钡白，无机颜料作为增量剂，例如铝土、碳酸钙和硫酸钡，聚四氟乙烯树脂颗粒（例如，包括由 Du Pont 制造的“Teflon”（注册商标）等的树脂的颗粒）、苯代三聚氰胺树脂颗粒以及苯乙烯树脂颗粒。

[0299] 就此处加入的粉末而言，使用粒径为 0.01 到 2 μm 的粉末。根据需要，加入粉末并且粉末的加入量（按重量比计算）相对于中间层中的固体物的总重量优选为 10 到 90wt%，更优选为 30 到 80wt%。

[0300] 考虑到降低残余电位和环境稳定性，将上述的电子传输物质、电子传输颜料等添加到中间层也是有效的。除了改善在中间层上侧层叠的层（例如，感光层）的涂布性之外，中间层在电气阻断方面起作用，并且如果厚度太大，则电气屏障过度强化和感光度降低，或者由于循环而使电位增加。在形成中间层的情况下，厚度优选为 0.1 到 3 μm。

[0301] 在制备用于形成中间层的涂层溶液时，在加入粉状物质的情况下，将该物质加入到其中溶解有树脂成分的溶液中并且使该物质分散。就此处的分散方法而言，可使用例如

辊压机、球磨机、振动球磨机、碾磨机、砂磨机、胶体磨以及涂料混合器的方法。此外,可以通过将用于形成中间层的涂层溶液涂布在导电基体上并且将薄膜涂层干燥来形成中间层。就此处的涂布方法而言,可使用普通的方法,例如刮涂、线棒涂布、喷涂、浸涂、珠涂、气刀涂布和幕帘涂布等。

[0302] 除了改善在中间层上形成的层的涂布性之外,中间层起到电气阻断层的作用,并且如果厚度太大,则电气屏障过度强化和感光度降低,或由于循环而使电位增加。因此,在形成中间层的情况下,厚度优选设定为 0.1 到 3 μm 。在涂布中间层之后,优选通过在干燥器中干燥或通过自然干燥除去薄膜中的溶剂。干燥温度和时间可以任意地设定。

[0303] <保护层>

[0304] 保护层用于防止在对感光体进行充电时电荷传输层发生化学变化,或者进一步改善感光体的机械强度。可以通过将导电材料添加到适当的粘合剂中制备涂层溶液并且将涂层溶液涂布在感光层上而形成保护层。

[0305] 保护层是例如包含可固化树脂和电荷传输材料的硅氧烷树脂固化薄膜,或者具有在适当的粘合剂树脂中包含导电材料的结构。可固化的树脂可为任何已知的树脂,但是其实例包括苯酚树脂、聚氨酯树脂、蜜胺树脂、邻苯二甲酸二烯丙酯树脂和硅氧烷树脂。在包含电荷传输材料的硅氧烷树脂固化薄膜的情况下,可使用已知为电荷传输材料的任何材料。电荷传输材料的实例包括但不限于在 JP-A-10-95787、JP-A-10-251277、JP-A-11-32716、JP-A-11-38656 以及 JP-A-11-236391 中描述的化合物。

[0306] 在其中保护层为具有在适当的粘合剂树脂中包含导电材料的结构的薄膜的情况下,对于导电材料没有特别限制,并且导电材料的实例包括茂金属化合物(例如, N,N'-二甲基二茂铁)、芳香胺化合物(例如, N,N'-二苯基-N,N'-双(3-甲基苯基)-(1,1'-二苯基)-4,4'-二胺)、氧化钼、氧化钨、氧化锑、氧化锡、二氧化钛、氧化钨、氧化锡-锑、硫酸钡和氧化锑的固态溶液的载体、上述金属氧化物的混合物、上述金属氧化物混合在二氧化钛、氧化锡、氧化锌或硫酸钡的单个颗粒中的混合物、以及上述金属氧化物涂覆在二氧化钛、氧化锡、氧化锌或硫酸钡的单个颗粒上的涂层。

[0307] 对于用于保护层的粘合剂,使用已知的树脂,例如聚酰胺树脂、聚乙烯基缩醛树脂、聚氨酯树脂、聚酯树脂、环氧树脂、聚酮树脂、聚碳酸酯树脂、聚乙烯基酮树脂、聚苯乙烯树脂、聚丙烯酰胺树脂、聚酰亚胺树脂以及聚酰胺亚胺。此外,根据需要,可将这些树脂相互交联并且使用。

[0308] 保护层可以包含抗氧化剂。对于用作抗氧化剂的化合物的具体实例,基于苯酚的抗氧化剂的实例包括 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚、苯乙烯酚、正十八烷基-3-(3',5'-二叔丁基-4'-羟基苯基)丙酸酯、2,2'-亚甲基-双(4-甲基-6-叔丁基苯酚)、2-叔丁基-6-(3'-叔丁基-5'-甲基-2'-羟基苯基)-4-甲基苯基丙烯酸酯、4,4'-亚丁基-双(3-甲基-6-叔丁基苯酚)、4,4'-硫代-双-(3-甲基-6-叔丁基苯酚)、1,3,5-三(4-叔丁基-3-羟基-2,6-二甲基-苯基)异氰尿酸酯、四[亚甲基-3-(3',5'-二叔丁基-4'-羟基苯基)丙酸酯]-甲烷以及 3,9-双{2-[3-(3-叔丁基-4-羟基-5-甲基苯基)丙酰基氧基]-1,1-二甲基乙基}-2,4,8,10-四氧杂螺[5,5]十一烷。

[0309] 基于受阻胺的化合物的实例包括双(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)癸二酸酯、双-(1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶基)癸二酸酯、1-{2-[3-{3,5-二叔丁基-4-羟基苯基}

丙酰基氧基]乙基}-4-[3-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酰基氧基]-2,2,6,6-四甲基哌啶-8-苄基-7,7,9,9-四甲基-3-辛基-1,3,8-三氮杂螺[4,5]-十一烷-2,4-二酮、4-苯甲酰基氧基-2,2,6,6-四甲基哌啶、琥珀酸二甲酯-1-(2-羟基乙基)-4-羟基-2,2,6,6-四甲基-哌嗪缩聚物、聚-[{6-(1,1,3,3-四甲基-丁基)亚胺基-1,3,5-三嗪-2,4-二戊基}[(2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基)亚胺基]}六亚甲基{(2,3,6,6-四甲基-4-哌啶基)亚胺基}]-2-(3,5-二叔丁基-4-羟基苄基)-2-正丁基丙二酸双(1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶基)以及N,N'-双(3-氨基丙基)乙二胺-2,4-双[N-丁基-N-(1,2,2,6,6-五甲基-4-哌啶基)氨基]-6-氯-1,3,5-三嗪缩合物。

[0310] 基于有机硫的抗氧化剂的实例包括3,3'-硫代双丙酸二月桂酯、3,3'-硫代二丙酸二肉豆蔻酯、3,3'-硫代二丙酸双十八酯、季戊四醇-四((β-月桂基-硫代丙酸酯)、3,3'-硫代二丙酸双十三酯以及2-巯基苯并咪唑。

[0311] 基于有机磷的抗氧化剂的实例包括已知的氧化剂,例如三壬基苯基亚磷酸酯、三苯基亚磷酸酯和三(2,4-二叔丁基苯基)亚磷酸酯,以及具有能够与硅氧烷树脂结合的官能团例如羟基或氨基或烷氧基甲硅烷基的抗氧化剂。

[0312] 保护层的厚度优选为1到20 μm,更优选为1到10 μm。就涂布用于形成保护层的涂层溶液的方法而言,可使用普通的方法,例如刮涂、线棒涂布、喷涂、浸涂、珠涂、气刀涂布和幕帘涂布等。

[0313] 就用于形成保护层的涂层溶液的溶剂而言,可单独使用一种普通的有机溶剂例如二氧杂环己烷、四氢呋喃、二氯甲烷、氯仿、氯苯和甲苯,或者将这些溶剂中的两种或多种混合并且使用。优选的是尽可能使用这种溶剂:即,该溶剂几乎不溶解其上涂布有这种涂层溶液的感光层。

[0314] (处理盒和图像形成装置)

[0315] 本发明的示例性实施例的处理盒和本发明的示例性实施例的图像形成装置(各自使用本发明的示例性实施例的感光体)如下所述。

[0316] 该示例性实施例的处理盒包括本发明的示例性实施例的感光体和选自于下述部件中的至少一个部件:对所述感光体表面进行充电的充电装置、在所述感光体表面上形成潜像的潜像形成装置、利用调色剂对潜像进行显影以形成调色剂图像的显影装置以及清洁所述感光体表面的清洁装置。

[0317] 另外,该示例性实施例的图像形成装置包括本发明的示例性实施例的感光体、对感光体表面进行充电的充电装置、在感光体表面上形成潜像的潜像形成装置、利用调色剂对潜像进行显影以形成调色剂图像的显影装置、将调色剂图像转印到转印介质上的转印装置以及用于将调色剂图像定影在记录介质上的定影装置。

[0318] 该示例性实施例的感光体可以安装在利用近红外光或可见光进行发光的图像形成装置中,例如激光打印机、数码复印机、LED打印机和激光传真机,或安装在被装备于这种图像形成装置的处理盒中。

[0319] 对于激光束,为了获得高清晰度图像,优选350到800nm的激光振动光。此外,为了获得高清晰度图像,优选的是激光束的光点尺寸为 $1 \times 10^4 \mu\text{m}^2$ 或更小,更优选为 $3 \times 10^3 \mu\text{m}^2$ 或更小。

[0320] 该示例性实施例的感光体可与单组分或双组分显影剂或反转显影剂组合使用。此

外,为了获得清晰图像,优选的是调色剂的粒径为 $10\mu\text{m}$ 或更小,更优选为 $8\mu\text{m}$ 或更小。这种调色剂可以通过已知的制造方法获得,但是特别优选的是通过溶解悬浮方法或聚合方法获得的球状调色剂。在调色剂中,可加入表面润滑剂(金属脂肪酸盐)或具有研磨作用的颗粒。

[0321] 即使该示例性实施例的感光体在安装到使用充电辊或充电刷的接触充电系统的图像形成装置上时,也可以获得较少出现电流泄漏的良好特性。

[0322] 图 8 是示意地表示该示例性实施例的图像形成装置的一个优选示例性实施例的基本结构的剖视图。

[0323] 图 8 中所示的图像形成装置 200 包括感光体 207、充电装置 208(例如通过电晕放电系统为感光体 207 充电的电晕管或格栅电极(scrotron))、与充电装置 208 连接的电源 209、用于使通过充电装置 208 充电的感光体 207 曝光以形成静电潜像的曝光装置 210、用调色剂使由曝光装置 210 形成的静电潜像显影以形成调色剂图像的显影装置 211、用于将由显影装置 211 形成的调色剂图像转印到转印介质上的转印装置 212、清洁装置 213、除电器 214 以及定影装置 215。

[0324] 图 9 是示意地表示图 8 中所示的示例性实施例的图像形成装置的另一个优选示例性实施例的基本结构的剖视图。

[0325] 图 9 中所示的图像形成装置 200 具有与图 8 中所示图像形成装置相同的结构,不同之处在于:设置了通过接触系统使感光体 207 带电的充电装置 208 并且采用了利用中间转印方法的转印系统。感光体具有优良的耐磨性,因此优选用于采用在直流电压上叠加交流电压的接触式充电装置的图像形成装置中。在这种情况下,有时不设置除电器 214。

[0326] 充电装置(用于充电的部件)208 布置为与感光体 207 的表面接触,并且对感光体均匀地施加电压,从而使感光体表面被充电到预定电位。可用于充电装置 208 的材料的实例包括金属例如铝、铁和铜,导电聚合物材料例如聚乙炔、聚吡咯和聚噻吩,以及通过将碘化亚铜、碘化银、硫化锌、碳化硅金属氧化物等分散在弹性材料例如聚氨酯橡胶、硅橡胶、氯醇橡胶、乙丙橡胶、丙烯酸橡胶、氟橡胶、丁苯橡胶和聚丁橡胶中获得的材料。

[0327] 金属氧化物的实例包括 ZnO 、 SnO_2 、 TiO_2 、 In_2O_3 、 MoO_3 及其复合氧化物。也可将通过在其中添加有高氯酸盐而赋予导电性的弹性材料用于充电装置 208。

[0328] 此外,可以在充电装置 208 的表面上设置涂层。用于形成涂层的材料的实例包括 N- 烷氧基甲基化的尼龙、纤维素树脂、乙烯吡啶树脂、苯酚树脂、聚氨酯、聚乙烯醇缩丁醛以及蜜胺树脂,并且可以单独使用这些材料中的一种或将几种组合使用。另外,也可使用基于乳液树脂的材料,例如丙烯酸树脂乳液、聚酯树脂乳液和聚氨酯乳液,特别是通过无皂乳液聚合合成的乳液树脂。

[0329] 在这种树脂中,可以分散导电颗粒以进一步调节电阻率。也可在其中添加抗氧化剂用于防止劣化。为了在形成涂层时改善成膜性能,可以在乳液树脂中包含均化剂或表面活性剂。接触充电部件的形状的实例包括辊、刮板、带和刷。

[0330] 充电装置 208 的电阻值优选为 10^2 到 $10^{14}\Omega\text{cm}$,更优选为 10^2 到 $10^{12}\Omega\text{cm}$ 。对接触充电部件施加的电压可为直流或交流。电压也可以以直流+交流的形式施加。

[0331] 图 10 是示意地示出图 8 中所示的示例性实施例的图像形成装置的另一个优选实施例的基本结构的剖视图。

[0332] 图 10 中所示的图像形成装置 220 是中间转印系统的图像形成装置,并且在外壳 400 内,四个感光体 401a 到 401d(例如,感光体 401a、感光体 401b、感光体 401c 和感光体 401d 可以形成分别包括黄色、品红色、蓝绿色(青色)和黑色的图像)沿着中间转印带 409 互相并列布置。

[0333] 安装在图像形成装置 220 中的感光体 401a 到 401d 各自是该示例性实施例的感光体。例如,优选安装图 4 到 7 中所示的任一个感光体。感光体 401a 到 401d 各自可以沿预定方向旋转(在纸面上为逆时针方向),并且沿着旋转方向布置有充电辊 402a 到 402d、显影装置 404a 到 404d、一次转印辊 410a 到 410d 以及清洁刮板 415a 到 415d。可以将容纳在调色剂盒 405a 到 405d 内的黑色、黄色、品红色和蓝绿色的四种颜色的调色剂分别提供给显影装置 404a 到 404d,并且一次转印辊 410a 到 410d 分别通过中间转印带 409 抵靠感光体 401a 到 401d。

[0334] 此外,在外壳 400 中的预定位置处布置有激光源 403(潜像形成装置(曝光装置)),并且从激光源 403 发射的激光可以照射在充电之后的感光体 401a 到 401d 的表面上。借助于这种结构,在感光体 401a 到 401d 的旋转步骤中,顺序地进行充电、曝光、显影、一次转印以及清洁步骤,从而将各颜色的调色剂图像以重叠的方式转印到中间转印带 409 上。

[0335] 中间转印带 409 由驱动辊 406、支撑辊 408 和张紧辊 407 以预定的张力支持,并且可以通过这些辊的旋转而旋转,而不会产生偏转。此外,二次转印辊 413 布置为通过中间转印带 409 抵靠支撑辊 408。中间转印带 409 的通过支撑辊 408 和二次转印辊 413 之间的部分由例如布置在驱动辊 406 附近的清洁刮板 416 进行表面清洁,然后重复用于下一个图像形成过程。

[0336] 在外壳 400 中的预定位置处设置有托盘(记录介质托盘)411,并且由传送辊 412 将托盘 411 中的诸如纸张等记录介质 500 顺序地传送穿过中间转印带 409 和二次转印辊 413 之间并进一步传送穿过彼此抵靠的两个定影辊 414 之间,然后排出到外壳 400 的外部。

[0337] 在以上描述中,中间转印带 409 用作中间转印部件,但是中间转印部件可为如中间转印带 409 那样的带状物,或可为鼓状物。在带状物的情况下,用作中间转印部件的树脂可为通常已知的树脂,树脂的实例包括树脂材料,例如聚酰亚胺树脂、聚碳酸酯树脂(PC)、聚偏二氟乙烯(PVDF)、聚对苯二甲酸亚烷基酯(PAT)、乙烯四氟乙烯共聚物(ETFE)/PC 的混合材料、ETFE/PAT 或 PC/PAT、聚酯、聚醚醚酮和聚酰胺;以及包括这种树脂材料作为主原料的树脂材料。此外,可将树脂材料和弹性材料混合并且使用。

[0338] 就弹性材料而言,可使用通过将一种或多种聚氨酯、氯化聚异戊二烯、NBR、氯嵌二萘橡胶(chloropyrene rubber)、EPDM、氢化聚丁二烯、丁基橡胶、硅橡胶等混合而得到的材料。在用于基材的这种树脂材料或弹性材料中,根据需要,可单独加入用于赋予电子电导率的导电剂或具有离子电导率的导电剂,或以两种或多种导电剂组合的方式加入。在这些树脂中,优选在其中分散有导电剂的聚酰亚胺树脂,这是由于该树脂具有优良的机械强度的缘故。对于导电剂,可使用导电聚合物,例如炭黑、金属氧化物和聚苯胺等。

[0339] 在其中采用如中间转印带 409 那样的带形结构作为中间转印部件的情况下,带的厚度通常优选为 50 到 500 μm ,更优选为 60 到 150 μm ,但是可以根据材料的硬度适当地选择带的厚度。

[0340] 例如,在带包括其中分散有导电剂的聚酰亚胺树脂的情况下,如 JP-A-63-311263

所述,将 5 到 20wt% 的炭黑作为导电剂分散在作为聚酰亚胺前体的聚酰胺酸溶液中,接着将液体分散体散布在金属鼓上,并且在干燥之后将薄膜从金属鼓分离和在高温下对该薄膜进行拉伸,从而可以形成聚酰亚胺薄膜。通常,薄膜成形可通过如下方法进行:将其中分散有导电剂的聚酰胺酸溶液作为成膜用原液注入圆筒形模具中,并且在 100 到 200℃ 的温度加热下以 500 到 2,000rpm 的转数旋转圆筒形模具的同时,通过离心成形法形成薄膜,接着从模具取出得到的半固化状态的薄膜,接着将该薄膜置于铁芯上并且通过在 300℃ 或更高的温度下进行聚酰亚胺反应(聚酰胺酸的闭环反应)以使该薄膜完全固化。也可使用如下方法:将成膜用原液在金属片上散布为均匀厚度,接着以与上述相同的方法在 100 到 200℃ 的温度下加热以除去大部分溶剂,然后逐渐将温度提高到 300℃ 或更高,以形成聚酰亚胺薄膜。此外,中间转印部件也可具有表面层。

[0341] 在其中采用鼓形结构作为中间转印部件的情况下,优选的是基材为由铝、不锈钢(SUS)、铜等形成的圆筒形基材。根据需要,可以在圆筒形基材上涂布弹性层,并且在弹性层上形成表面层。

[0342] 图 11 是示意地示出示例性实施例的处理盒的一个优选示例性实施例的基本结构的剖视图。在处理盒 300 中,通过使用安装轨 216 将感光体 207 与充电装置 208、显影装置 211、清洁单元(清洁装置)213、用于曝光的开口 218 和 219、以及根据需要包括除电器(未示出)进行结合并成一体。处理盒 300 可从包括转印装置 212、定影装置 215 和未示出的其它构成部分的图像形成装置主体拆卸,并且与图像形成装置主体一起构成图像形成装置。顺便地,在处理盒 300 中,转印装置 212 的转印方式(转印系统)优选为这样的方式(系统):其中将调色剂图像一次转印在中间转印部件(未示出)上并将中间转印部件上的一次转印图像二次转印在转印介质上的中间转印系统。此外,转印装置 212 优选为利用这种中间转印系统的中间转印单元。同样地,上述图像形成装置的转印装置也优选为利用上述中间转印系统的中间转印单元。

[0343] [实例]

[0344] 基于以下实例和比较例更详细地描述本发明的示例性实施例,但是本发明的示例性实施例不限于以下各实例。在各实例中,“份”是指“重量份”。

[0345] (合成实例 1:I 型氯镓酞菁的合成)

[0346] 在搅拌的同时使 30 份的 1,3-二亚胺基异二氢吡啶和 9.1 份的三氯化镓在 230 份的二甲基亚砜中在 160℃ 下反应 6 小时,得到紫红色晶体。将该晶体用二甲基亚砜洗涤,然后用离子交换水洗涤并且干燥,从而得到 28 份的 I 型氯镓酞菁的粗晶体。

[0347] (实例 1)

[0348] <第一流体的制备>

[0349] 将 1 份的上述制备的 I 型氯镓酞菁与 200 份的二甲基亚砜混合并且在 70℃ 的温度下搅拌 10 分钟之后通过孔径为 0.45 μm 的聚四氟乙烯(PTFE)制成的膜过滤器滤除不溶性物质。将得到的颜料溶液用作第一流体。

[0350] <氯镓酞菁的晶形转换>

[0351] 然后使用图 1 中所示的微型反应器转换氯镓酞菁的晶形。将第一流体和作为第二流体的离子交换水分别装入槽 12 和装备有泵的槽 16,并且供应给玻璃制微型反应器 20 的入口部分。在通过温度控制单元调节为 40℃ 的微型反应器 20 中,氯镓酞菁的晶形发生转

换,并且将包含氯镓酞菁晶体的混合溶液 22 回收至容器 24 中。在微型反应器中,通道 L1、L2 和 L3 各自设定为具有 300 μm 的宽度和 50 μm 的深度,通道 L3 设定具有 10cm 的长度。通过将第一流体的流量(输送速度)设定为 0.5ml/h 和将第二流体的流量(输送速度)设定为 1.0ml/h 从而输送这些流体。

[0352] 使用动态粘弹性粒径分布测量装置(LB500,由 Horiba Ltd. 制造)测量如此得到的处理溶液中的氯镓酞菁晶体的平均粒径。此外,粒径分布由通常使用的指标 GSDv 表示(假定相对于由分割所测量的粒径分布而产生的粒径范围(通道)从小粒径绘制累积分布时,达到 16% 的体积累积的粒径为体积 D_{16v} ,而达到 84% 的体积累积的粒径为体积 D_{84v} ,则由 D_{84v}/D_{16v} 确定的数值定义为体积平均粒径分布 GSDv)。

[0353] 得到的氯镓酞菁晶体的平均粒径(中位粒径)和 GSDv 值示出在表 1 中。此外,得到的包含 II 型氯镓酞菁晶体的处理溶液经过离心分离以分离固体材料,通过使用真空干燥器将该固体材料在 80℃ 的温度下真空干燥 24 小时,以回收 0.9 份的 II 型氯镓酞菁晶体,并将该晶体通过粉末 X 射线衍射谱和分光吸收光谱进行测量。图 12 和 13 示出了得到的结果。

[0354] 从图 12 可以确认:在 7.4°、16.6°、25.5° 和 28.3° 的布拉格角($2\theta \pm 0.2^\circ$)具有衍射峰,从图 13 可以确认:在分光吸收光谱的 658nm 和 769nm 具有吸收峰。

[0355] <制造感光体片>

[0356] 使用得到的 II 型氯镓酞菁晶体如下制造感光体。

[0357] 首先,准备 40mm(直径)×319mm 的铝管作为导电基体。然后,将 6 份的聚乙烯醇缩丁醛(S-LEC BM-1,商品名,由 Sekisui Chemical Co., Ltd. 制造)、12 份作为固化剂的封端异氰酸酯(Sumidule 3175,商品名,由 Sumitomo-Bayer Urethane 制造)、41 份的一次粒径为 30nm 的氧化锌(NanoTech ZnO,商品名,由 C. I. Kasei Co., Ltd. 制造)、1 份的硅树脂球(Tospearl 120,商品名,由 Toshiba Silicones Co., Ltd. 制造)、100ppm 的均化剂(Silicone Oil SH29PA,商品名,由 DowCorning Toray Silicone Co., Ltd. 制造)和 52 份的甲乙酮在间歇式磨机中混炼 10 小时以制备用于形成底层的涂层溶液。

[0358] 将用于形成底层的涂层溶液浸涂在 50 μm 厚的铝片上并且在 150℃ 的温度下加热干燥 30 分钟,以形成薄膜厚度为 20.0 μm 的底层。

[0359] 随后,将通过将 1 份的氯乙烯-乙酸乙烯酯共聚物树脂(VMCH,商品名,由 Nippon Unicar Co., Ltd. 制造)溶解在 100 份的乙酸正丁酯中得到的溶液与 1 份的上述制备的 II 型氯镓酞菁晶体混合并将混合物与 150 份的外径为 1.0mm 的玻璃珠一起在砂磨机中分散 5 小时,以制备用于形成电荷生成层的涂层溶液。

[0360] 将得到的用于形成充电层的涂层溶液浸涂在底层上并且在 100℃ 的温度下加热干燥 10 分钟,以形成薄膜厚度为 0.20 μm 的电荷生成层。此外,将 4 份的作为电荷传输材料的 N,N'-二苯基-N,N'-双(3-甲基苯基)-(1,1'-二苯基)-4,4'-二胺、6 份的作为粘合剂树脂的粘均分子量为 30,000 的双酚 Z-型聚碳酸酯树脂、80 份的四氢呋喃和 0.2 份的 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚混合,以制备用于形成电荷传输层的涂层溶液。

[0361] 将得到的用于形成电荷传输层的涂层溶液浸涂在电荷生成层的表面上并且在 120℃ 的温度下加热干燥 40 分钟,以形成薄膜厚度为 20 μm 的电荷传输层。这样,得到了目标感光体片。

[0362] < 制造感光鼓 >

[0363] 通过与上述制造感光体片相同的方法顺序地形成底层、电荷生成层和电荷传输层以制造目标感光鼓,不同之处在于:使用研磨料(Alumina Bead CB-A30S(商品名,由 Showa Titanium Co., Ltd. 制造,平均粒径 $D_{50} = 30 \mu\text{m}$))对 1mm 厚的 84mm(直径)×347mm 的铝管进行液体珩磨处理而使该铝管的表面糙化成具有 $0.18 \mu\text{m}$ 的中线平均粗糙度 R_a ,并将所得到的铝管用作导电支撑体。

[0364] 如下对上述制造的感光体片和感光鼓进行评价。评价结果示出在表 1 到 3 中。

[0365] < 感光体的电子照相特性的评价试验 >

[0366] (1) 使用的最初阶段的特性评价

[0367] 为了评价实例和比较例的得到的感光体片的电子照相特性,通过以下方法测量电子照相特性。

[0368] 使用静电复印纸试验装置(EPA8200,由 Kawaguchi Electric Works Co., Ltd. 制造)在 20°C 和 50% RH 的环境中,借助于直径为 20mm 的小面积掩模以 -5.0kV 电晕放电而使感光体片带负电。随后,照射用干涉滤光器转换为 780nm 光的卤素灯光,以在感光体片的表面上产生 $5.0 \mu\text{W}/\text{cm}^2$ 的照度。这时,测量最初的表面电位 $V_0[\text{V}]$ 、直到表面电位变为 V_0 的 1/2 时的半数曝光量 $E_{1/2}[\mu\text{J}/\text{cm}^2]$ 、以及根据 $\{(V_0 - V_1)/V_0\} \times 100$ 测定的暗衰减率(DDR) [%],其中 V_1 是测量表面电位 V_0 后的一秒的表面电位。

[0369] (2) 重复特性的评价

[0370] 对重复上述充电、曝光和除电 10,000 次之后的感光体片测量表面电位 $V_0[\text{V}]$ 、直到表面电位变成 V_0 的 1/2 的半数曝光量 $E_{1/2}[\mu\text{J}/\text{cm}^2]$ 以及开始曝光之后的暗衰减率(DDR) [%]。

[0371] (3) 图像质量的评价试验

[0372] 将实例和比较例的感光体各自安装在具有图 11 所示结构的激光打印机中(DocuPrint 260,由 Fuji Xerox Co., Ltd. 制造)并且如下评价图像质量。

[0373] 在 $32.5^\circ\text{C}/90\%$ RH 的环境下输出 1 点 1 空格的半色调图像以及全白色图像(背景图像),并且用眼和放大镜观察图像,评价黑线部分中塌溃或调色剂飞散的程度。此外,测量感光体的暗电位 V_d 。

[0374] 在输出 20,000 张其中以 7mm 的间隔纵向(竖直方向)和横向(水平方向)打印宽度约 2mm 的线的图像之后,以与上述相同的方法输出半色调图像和背景图像,并且用眼和放大镜观察图像,评价黑线部分中塌溃或调色剂飞散的程度。

[0375] 顺便地,上述激光打印机使用辊式充电器(BCR)作为充电单元,使用具有 780nm 半导体激光器的 ROS 作为曝光单元,使用双组分反转显影系统作为显影系统,使用辊式转印器(BTR)作为转印单元,以及使用带中间转印系统作为转印单元。

[0376] (4) 电荷生成材料的分散性的评价

[0377] 为了评价镓酞菁晶体的分散性,在玻璃板上形成电荷生成层,并且通过显微镜观察其分散状态。就分散性的标准而言,“良好”是指在电荷生成层中没有观察到聚集体,“不良”是指观察到聚集体或者薄膜涂层表面变粗糙。

[0378] 尽管使用感光体片进行上述对(1)和(2)的评价和使用在玻璃板上形成的电荷生成层进行(4)的评价,但是用于实例和比较例的感光鼓是由与感光体片和在玻璃板上形成

电荷生成层相同的操作制造的,尽管形状不同,但是在感光鼓中也得到与(1)、(2)和(4)相同的评价结果。

[0379] (比较例 1)

[0380] 将 20 份的 I 型氯镓酞菁与 400 份的直径为 5mm 的氧化铝珠一起加入到氧化铝制成的罐中。将这个罐设置在振动磨(MB-1 型,由 Chuo Kakohki Co.,Ltd. 制造)中,并且研磨晶体 180 小时,以得到 18 份的粉碎的氯镓酞菁。其后,将 0.5 重量份的粉碎的氯镓酞菁在 20 份的氯苯中与 60 份的 1mm 直径的玻璃珠在室温下球磨研磨 24 小时,并且过滤以分离晶体并用 10 份的甲醇洗涤,以制备 II 型氯镓酞菁颜料(参考 JP-A-5-98181 的实例 4 进行)。

[0381] 从得到的颜料可以确认:在 X 射线衍射谱中,在 7.4° 、 16.6° 、 25.5° 和 28.3° 的布拉格角($2\theta \pm 0.2^{\circ}$)具有衍射峰和在分光吸收光谱的 662nm 和 788nm 具有吸收峰。颜料的中位粒径和 GSD_v 值示出在表 1 中。

[0382] 此外,使用得到的颜料,以与实例 1 相同的方法制造感光体片和感光鼓并且以相同的方式评价。评价结果示出在表 1 到 3 中。

[0383] (实例 2)

[0384] 使用图 2 和 3 中所示的双管式微型反应器 60 转换 I 型氯镓酞菁的晶形。

[0385] 双管式微型反应器 60 具有其中将内径为 250 μm 的二氧化硅管插入内径为 1,000 μm 的玻璃管的结构。使用图 2 中所示的装置,将在实例 1 制备的第一流体 46(其被装入槽 42 中,槽 42 具有由电动机 48 驱动的搅拌单元和被设定为 50°C 的用于温度控制的夹套 44)和作为第二流体 58 的离子交换水(其被装入槽 54 中,槽 54 具有被设定为 20°C 的夹套 56)分别以 2ml/h 和 20ml/h 的流速输送到双管式微型反应器 60 的入口部分,并且在 I 型氯镓酞菁的晶体转化之后,将处理溶液回到在容器 70 中。双管式微型反应器 60 中的长度 H2 和 H1 分别为 200mm 和 20mm。各个通道的通道直径如图 14 中所示,图 14 为示出图 2 和 3 中的通道 L6 的端部 74 的附近部分的放大示意图。

[0386] 如此得到的处理溶液中的 II 型氯镓酞菁晶体的中位粒径和 GSD_v 值示出在表 1 中。此外,得到的包含 II 型氯镓酞菁晶体的处理溶液经过离心分离,以分离固体材料,并使用真空干燥器将该固体材料在 80°C 的温度下真空干燥 24 小时,以得到 0.9 份的 II 型氯镓酞菁晶体。得到的 II 型氯镓酞菁晶体表现出与图 12 的光谱相同的粉末 X 射线衍射谱并且表现出与图 13 的光谱几乎相同的分光吸收光谱。

[0387] 使用得到的颜料,以与实例 1 相同的方法制造感光体片和感光鼓并且以相同的方式评价。评价结果示出在表 1 到 3 中。

[0388] [表 1]

[0389]

	电荷生成材料		感光体的特性				
	中位粒径 (μm)	GSD _v	最初的特性			输出 10,000 张之后的特性	
			V ₀ (-V)	E _{1/2} ($\mu\text{J}/\text{cm}^2$)	DDR (%)	E _{1/2} ($\mu\text{J}/\text{cm}^2$)	DDR (%)
实例 1	0.11	1.43	492	0.72	8.9	0.89	12.6
比较例 1	0.33	3.19	473	0.88	8.1	1.81	21.8
实例 2	0.08	1.29	496	0.76	8.7	0.92	10.5

[0390] [表 2]

[0391]

	电荷生成材料		感光体	
	分光吸收光谱		图像质量	薄膜涂层的分散性
	(nm)	(nm)		
实例 1	658	769	良好	良好
比较例 1	672	788	不良	不良
实例 2	655	762	良好	良好

[0392] [表 3]

[0393]

	图像质量评价试验					
	最初的特性			输出 10,000 张之后的特性		
	暗电位 V_d (-V)	半色调图像	背景图像	暗电位 V_d (-V)	半色调图像	背景图像
实例 1	584	良好	良好	562	良好	良好
比较例 1	573	良好	不良	486	不良	不良
实例 2	590	良好	良好	543	良好	良好

[0394] (合成实例 2 :I 型羟基镓酞菁的合成)

[0395] 在搅拌的同时使 30 份的 1,3- 二亚胺基异二氢吡啶和 9.1 份的三氯化镓在 230 份的二甲基亚砜中在 160℃ 下反应 6 小时,得到紫红色晶体。将该晶体用二甲基亚砜洗涤,然后用离子交换水洗涤并且干燥,得到 28 份的 I 型氯镓酞菁的粗晶体。

[0396] 将 2 份的得到的 I 型氯镓酞菁粗晶体在 65℃ 下彻底地溶于 80 份的硫酸(浓度:97%)中,将得到的溶液冷却到 25℃ 并且逐滴添加到包含 150 份 25% 氨水和 100 份离子交换水的混合溶液中。通过过滤收集沉淀的晶体,用离子交换水洗涤并且干燥,得到 1.8 份的 I 型羟基镓酞菁。

[0397] (实例 3)

[0398] < 第一流体的制备 >

[0399] 将 1 份的上述制备的 I 型羟基镓酞菁与 200 份的 N- 甲基 -2- 吡咯烷酮搅拌混合,并且使用超声洗涤机溶解,然后通过孔径为 0.45 μm 的 PTFE 制成的过滤器滤除不溶物质。将得到的颜料溶液用作第一流体。

[0400] < 羟基镓酞菁颜料的晶体转化 >

[0401] 然后使用图 1 中所示的微型反应器进行羟基镓酞菁的晶体转化。将第一流体和作为第二流体的离子交换水分别装入槽 12 和装备有泵的槽 16 中,并且输送到玻璃制微型反应器 20 的入口部分。在通过温度控制单元调节为 40℃ 的微型反应器 20 中,羟基镓酞菁晶体的晶形发生转化,并且将包含羟基镓酞菁晶体的混合溶液 22 回收在容器 24 中。在该微型反应器中,通道 L1、L2 和 L3 各自设定为具有 300 μm 的宽度和 50 μm 的深度,并且通道 L3 设定为具有 10cm 的长度。通过设定第一流体的流量(输送速度)为 0.5ml/h 和第二流体的流量(输送速度)为 1.0ml/h 从而输送这些流体。

[0402] 使用动态粘弹性粒径分布测量装置(LB500,由 Horiba Ltd. 制造)测量如此得到的处理溶液中的羟基镓酞菁颜料的平均粒径。

[0403] 得到的羟基镓酞菁晶体的平均粒径和 GSD_v 值示出在表 4 中。此外,得到的包含 V 型羟基镓酞菁晶体的处理溶液经过离心分离,以分离固体材料,使用真空干燥器使该固体材料在 80℃ 的温度下真空干燥 24 小时,以回收 0.9 份的羟基镓酞菁颜料,并且通过粉末 X 射线衍射谱和分光吸收光谱对这种颜料进行测量。图 15 和 16 示出了得到的结果。

[0404] 从图 15 可以确认:该颜料在 X 射线衍射谱的 7.5°、9.9°、12.5°、16.3°、18.6°、25.1° 和 28.3° 的布拉格角 ($2\theta \pm 0.2^\circ$) 具有衍射峰,以及从图 16 可以确认:在分光吸收光谱的 800nm 具有吸收峰。

[0405] < 制造感光体片 >

[0406] 使用得到的 V 型羟基镓酞菁晶体如下制造感光体。

[0407] 首先,准备 40mm(直径)×319mm 的铝管作为导电基体。然后,将 6 份的聚乙烯醇缩丁醛(S-LEC BM-1,商品名,由 Sekisui Chemical Co., Ltd. 制造)、12 份的作为固化剂的封端异氰酸酯(Sumidule 3175,商品名,由 Sumitomo-Bayer Urethane 制造)、41 份的一次粒径为 30nm 的氧化锌(NanoTech ZnO,商品名,由 C. I. Kasei Co., Ltd. 制造)、1 份的硅树脂球(Tospearl 120,商品名,由 Toshiba Silicones Co., Ltd. 制造)、100ppm 的均化剂(Silicone Oil SH29PA,商品名,由 Dow Corning Toray Silicone Co., Ltd. 制造)和 52 份的甲乙酮在间歇式磨机中混炼 10 小时,以制备用于形成底层的涂层溶液。用于形成底层的涂层溶液浸涂在 50 μm 厚的铝片上,并且在 150℃ 的温度下加热干燥 30 分钟,以形成薄膜厚度为 20.0 μm 的底层。

[0408] 随后,将通过将 1 份的氯乙烯-乙酸乙烯酯共聚物树脂(VMCH,商品名,由 Nippon Unicar Co., Ltd. 制造)溶解在 100 份的乙酸正丁酯中得到的溶液与 1 份的上述制备的 V 型羟基镓酞菁晶体混合并将混合物与 150 份的外径为 1.0mm 的玻璃珠一起在砂磨机中分散 5 小时,以制备用于形成电荷生成层的涂层溶液。将得到的用于形成电荷生成层的涂层溶液浸涂在底层上并且在 100℃ 的温度下加热干燥 10 分钟,以形成薄膜厚度为 0.20 μm 的电荷生成层。此外,将 4 份的作为电荷传输材料的 N,N'-二苯基-N,N'-双(3-甲基苯基)-(1,1'-二苯基)-4,4'-二胺、6 份的作为粘合剂树脂的粘均分子量为 30,000 的双酚 Z-型聚碳酸酯树脂、80 份的四氢呋喃和 0.2 份的 2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚混合,以制备用于形成电荷传输层的涂层溶液。

[0409] 将得到的用于形成电荷传输层的涂层溶液浸涂在电荷生成层的表面上并且在 120℃ 的温度下加热干燥 40 分钟,以形成薄膜厚度为 20 μm 的电荷传输层。这样,得到了目标感光体片。

[0410] < 制造感光鼓 >

[0411] 通过与上述制造感光体片相同的方法顺序地形成底层、电荷生成层和电荷传输层以制造目标感光鼓,不同之处在于:使用研磨料(Alumina Bead CB-A30S(商品名,由 Showa Titanium Co., Ltd. 制造,平均粒径 $D_{50} = 30 \mu m$))对 1mm 厚的 84mm(直径)×347mm 的铝管进行液体珩磨处理而使该铝管的表面糙化成具有 0.18 μm 的中线平均粗糙度 Ra,并将所得到的铝管用作导电支撑体。

[0412] 使用得到的感光体片和感光鼓,进行与实例 1 中相同的评价。评价结果示出在表 4 到 6 中。

[0413] (比较例 2)

[0414] 将通过合成实例 2 中的酸糊化处理得到的 I 型羟基镓酞菁颜料在自动研钵中研磨 5.5 小时,得到无定形的颜料。通过将 5.0 份的无定形颜料、150 份的二甲基甲酰胺和直径为 1mm 的玻璃珠研磨进行晶形转换处理 24 小时,得到 4.5 份的羟基镓酞菁颜料,对颜料进行各种试验和评价。可以确认:得到的羟基镓酞菁颜料在 X 射线衍射谱的 7.5° 、 9.9° 、 12.5° 、 16.3° 、 18.6° 、 25.1° 和 28.3° 的布拉格角 ($2\theta \pm 0.2^{\circ}$) 具有衍射峰和在分光吸收光谱的 856nm 具有吸收峰。该颜料的中位粒径和 GSDv 值示出在表 4 中。

[0415] 此外,使用得到的颜料以与实例 3 中相同的方法制造感光体片和感光鼓并且以与实例 1 中相同的方法评价。评价结果示出在表 4 到 6 中。

[0416] (实例 4)

[0417] 使用图 2 和 3 中所示的双管式微型反应器 60 转换 I 型羟基镓酞菁的晶形。

[0418] 双管式微型反应器 60 具有其中将内径为 $250\mu\text{m}$ 的二氧化硅管插入到内径为 $1,000\mu\text{m}$ 的玻璃管中的结构。使用图 2 中所示的装置,将在实例 3 制备的第一流体 46 (其被装入槽 42 中,槽 42 具有由电动机 48 驱动的搅拌单元和用于温度控制的被设定为 50°C 的夹套 44) 和作为第二流体 58 的离子交换水 (其被装入槽 54 中,槽 54 具有被设定为 20°C 的夹套 56) 分别以 2ml/h 和 20ml/h 的流速输送到双管式微型反应器 60 的入口部分,并且在 I 型氯镓酞菁的晶体转化之后,将处理溶液回收在容器 70 中。双管式微型反应器 60 中的长度 H2 和 H1 分别为 200mm 和 20mm 。各个通道的通道直径如图 14 中所示,图 14 为示出图 2 和 3 中的通道 L6 的端部 74 的附近部分的放大示意图。

[0419] 如此得到的处理溶液中的 V 型羟基镓酞菁晶体的中位粒径和 GSDV 值示出在表 4 中。此外,得到的包含 V 型羟基镓酞菁晶体的处理溶液经过离心分离,以分离固体材料,并且使用真空干燥器将该固体材料在 80°C 的温度下真空干燥 24 小时,以得到 0.9 份的 V 型羟基镓酞菁晶体。得到的 V 型羟基镓酞菁晶体表现出与图 15 的光谱相同的粉末 X 射线衍射谱并且表现出与图 16 的光谱几乎相同的分光吸收光谱。

[0420] 使用得到的颜料,以与实例 3 相同的方法制造感光体片和感光鼓并且以与实例 1 相同的方法进行评价。结果示出在表 4 到 6 中。

[0421] [表 4]

	电荷生成材料		感光体的特性				
	中位粒径 (μm)	GSDv	最初的特性			输出 10,000 张之后的特性	
			V_0 (-V)	$E_{1/2}$ ($\mu\text{J}/\text{cm}^2$)	DDR (%)	$E_{1/2}$ ($\mu\text{J}/\text{cm}^2$)	DDR (%)
实例 3	0.09	1.34	490	0.42	8.8	0.63	11.6
比较例 2	0.33	3.19	470	0.51	9.4	1.32	15.7
实例 4	0.08	1.25	491	0.43	8.4	0.68	10.5

[0423] [表 5]

[0424]

	电荷生成材料	感光体	
	分光吸收光谱	图像质量	薄膜涂层的分散性
	(nm)		
实例 3	800	良好	良好
比较例 2	856	不良	不良
实例 4	796	良好	良好

[0425] [表 6]

[0426]

	图像质量评价试验					
	最初的特性			输出 10,000 张之后的特性		
	暗电位 V_d (-V)	半色调图像	背景图像	暗电位 V_d (-V)	半色调图像	背景图像
实例 3	580	良好	良好	557	良好	良好
比较例 2	567	良好	不良	471	不良	不良
实例 4	583	良好	良好	546	良好	良好

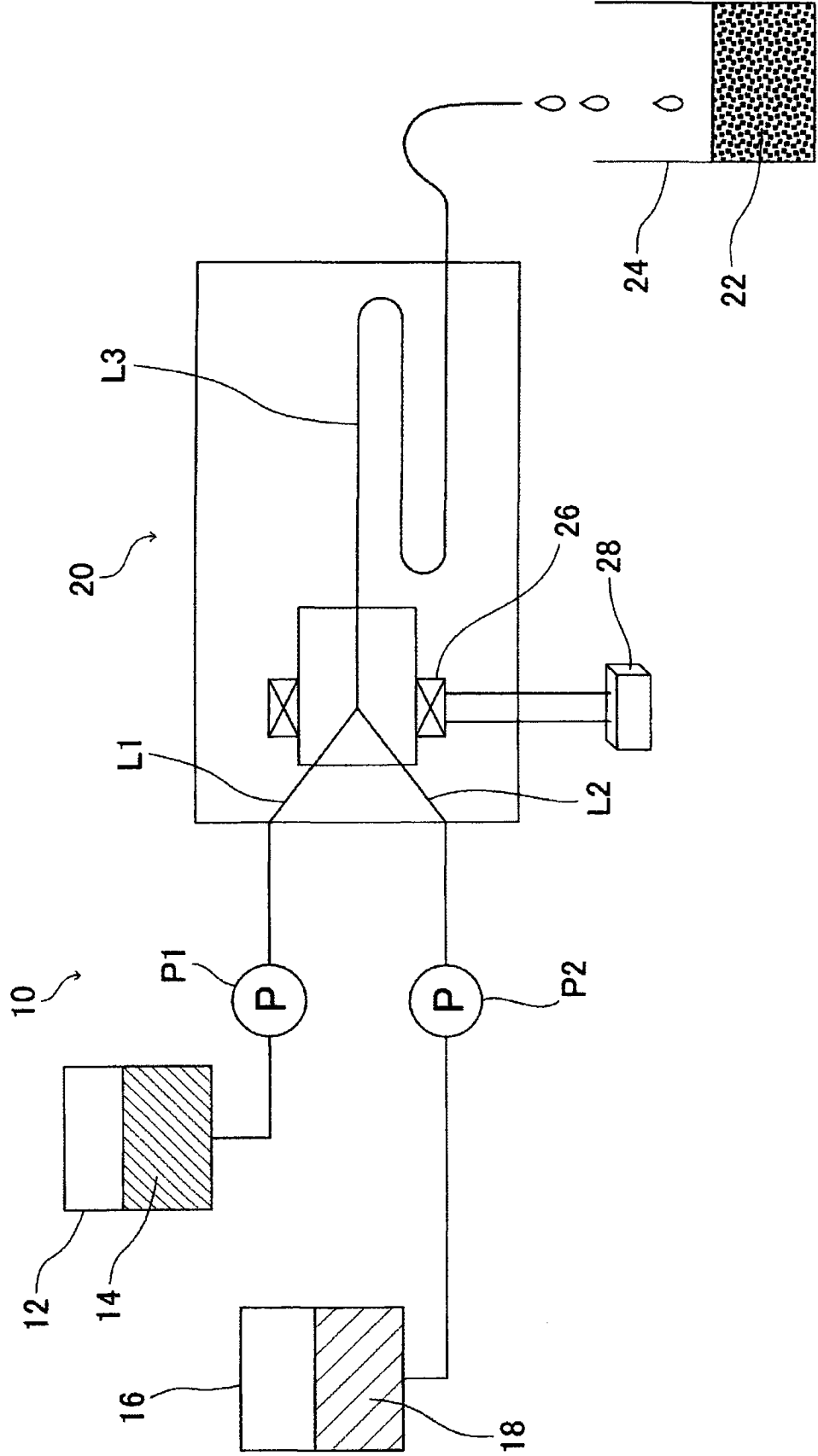


图 1

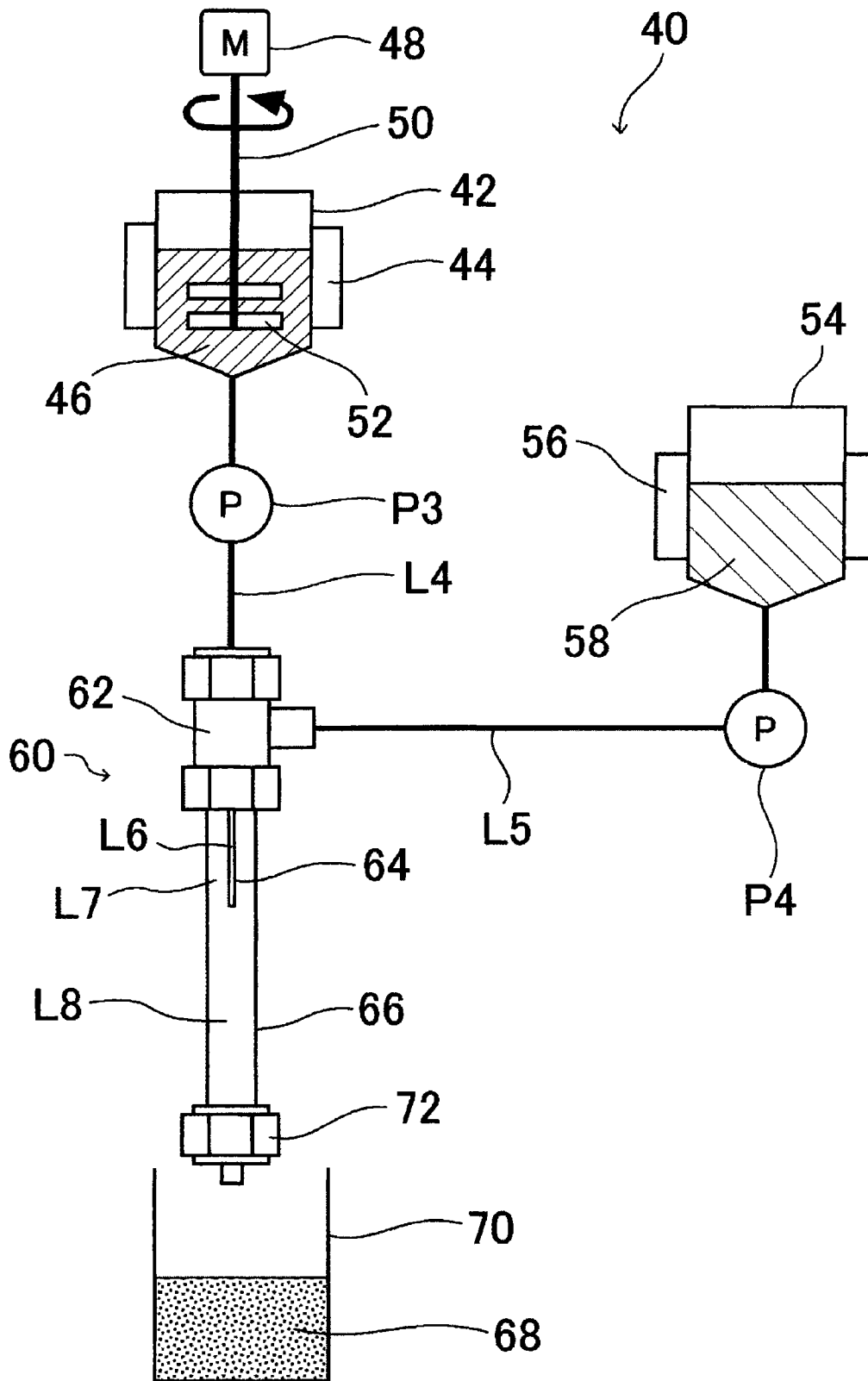


图 2

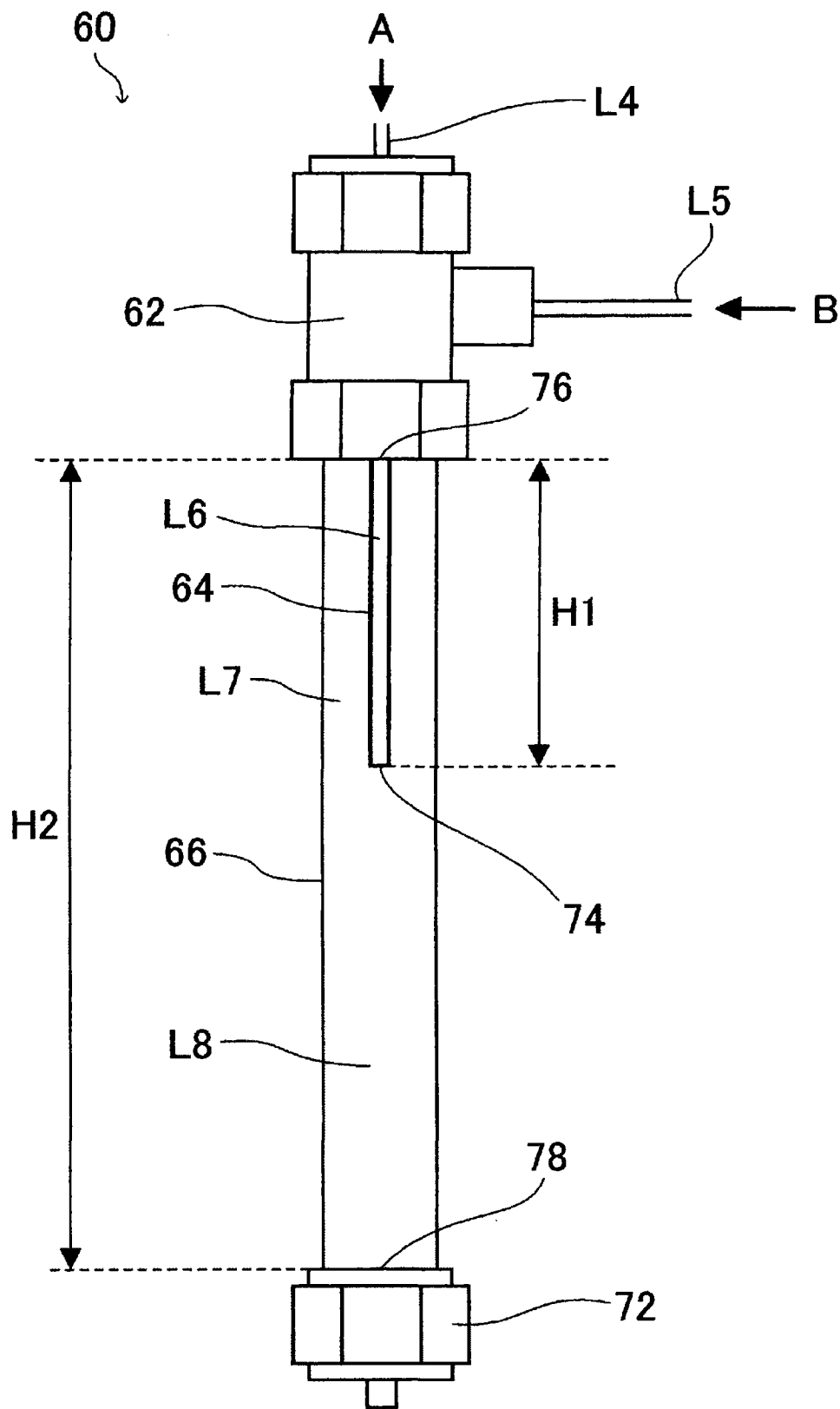


图 3

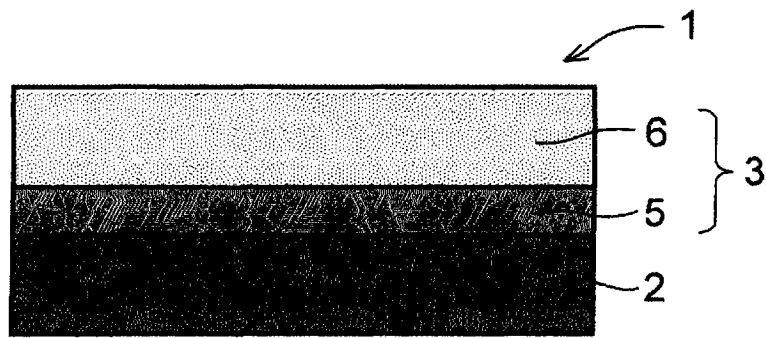


图 4

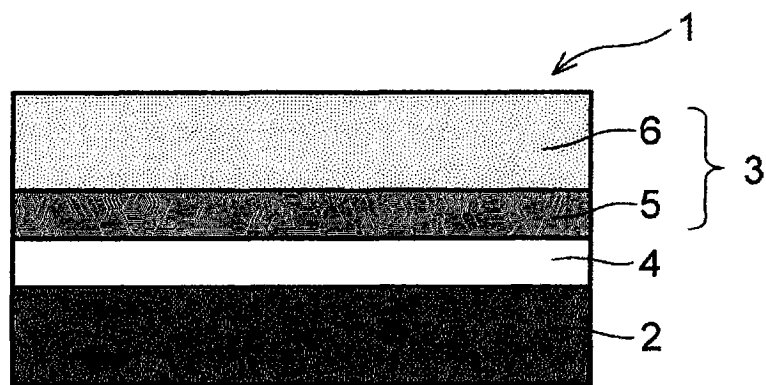


图 5

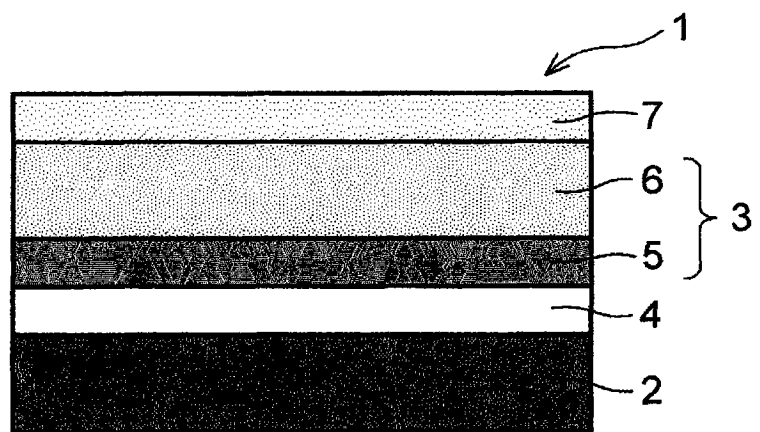


图 6

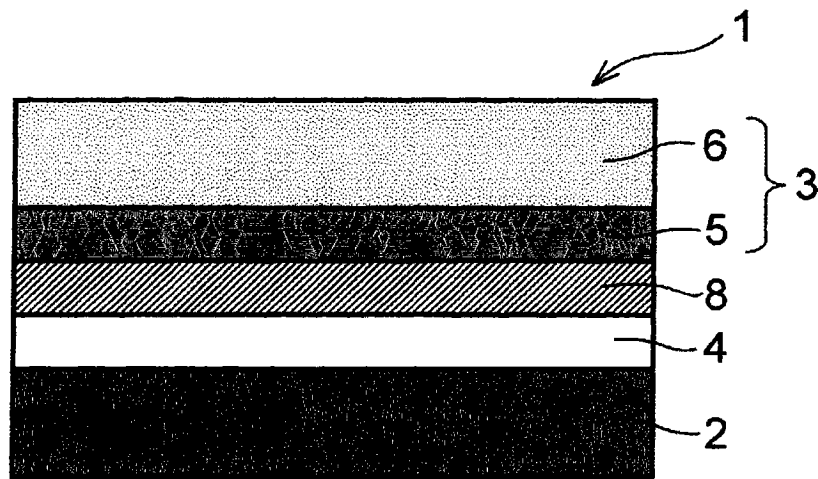


图 7

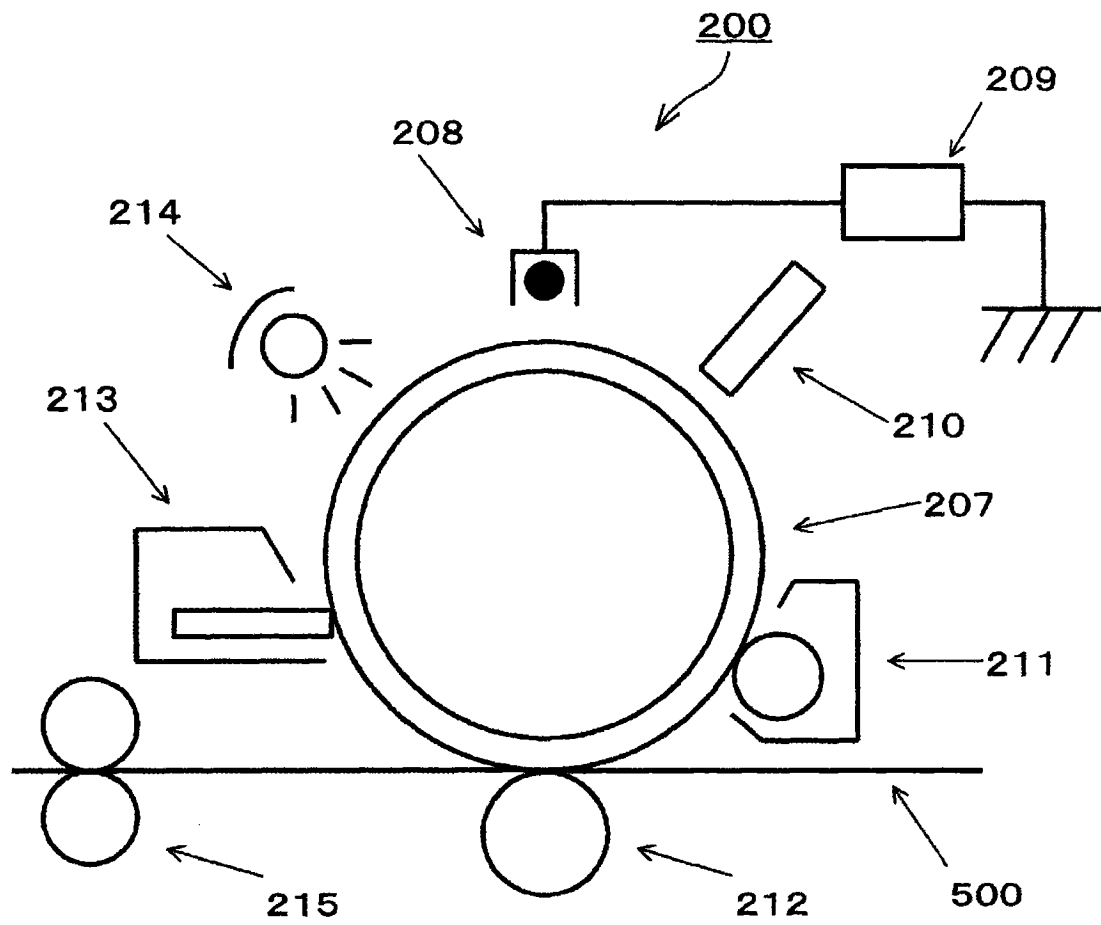


图 8

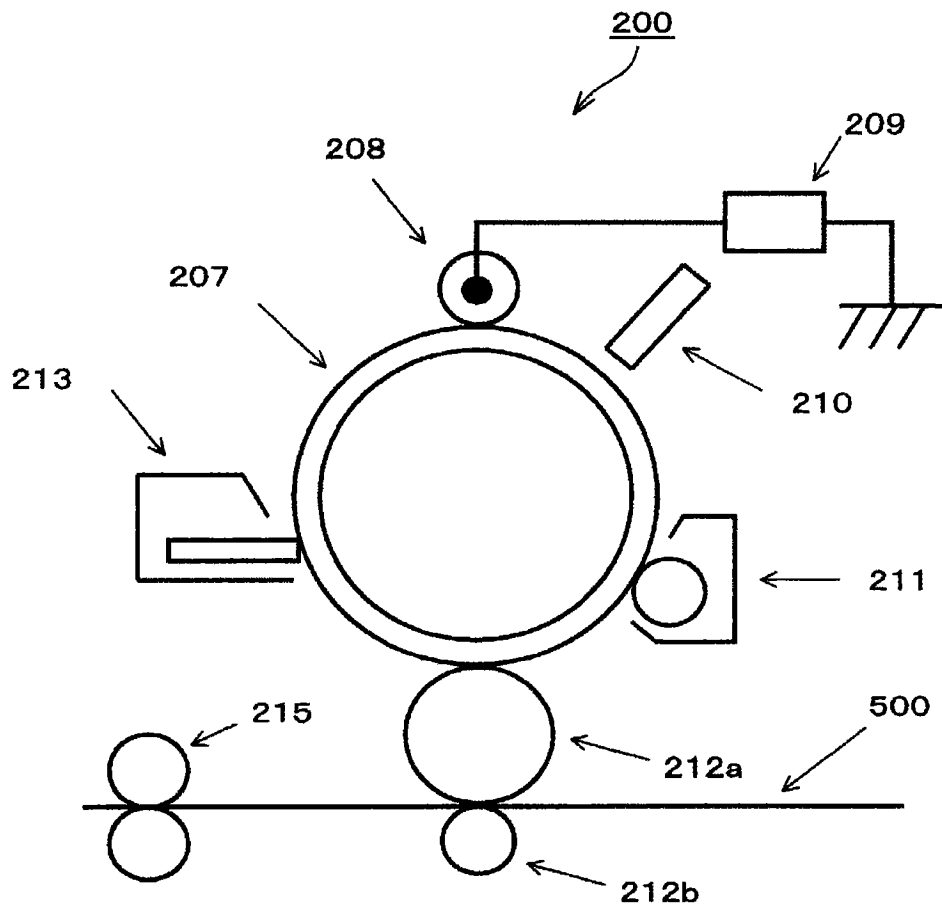


图 9

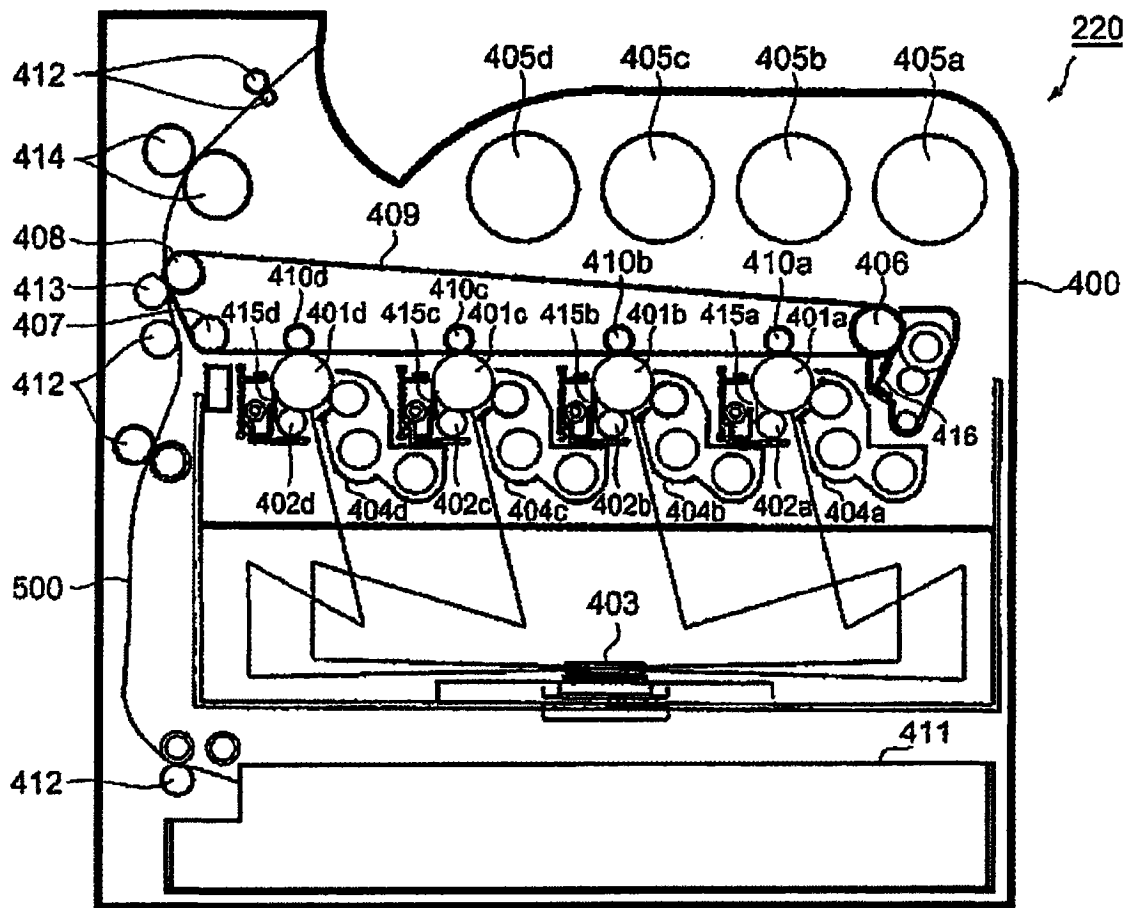


图 10

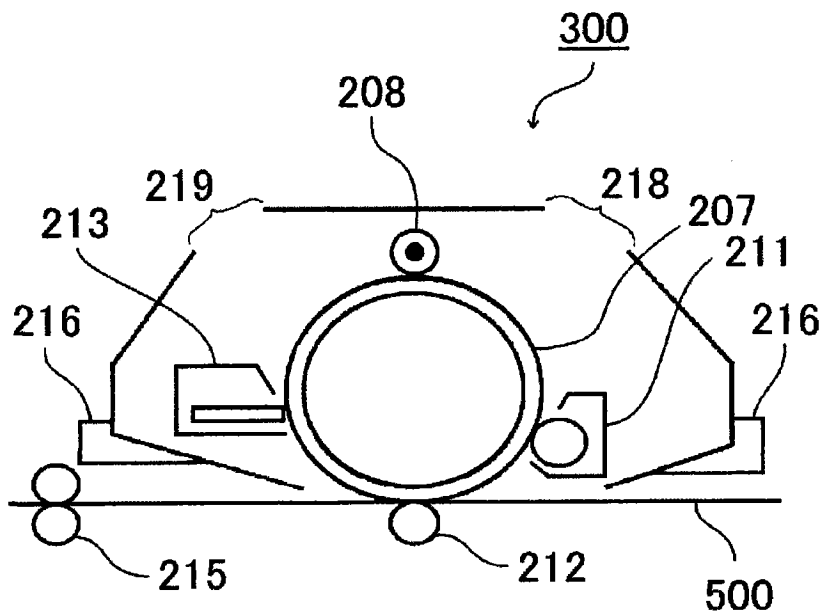


图 11

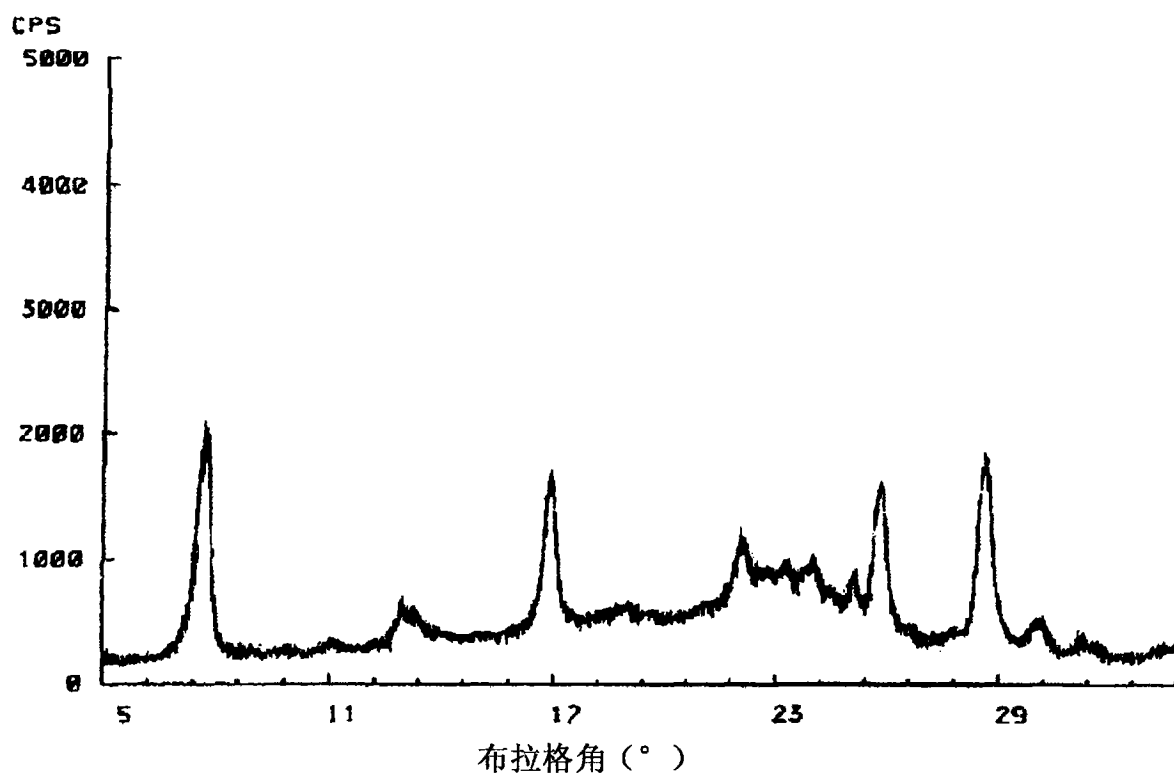


图 12

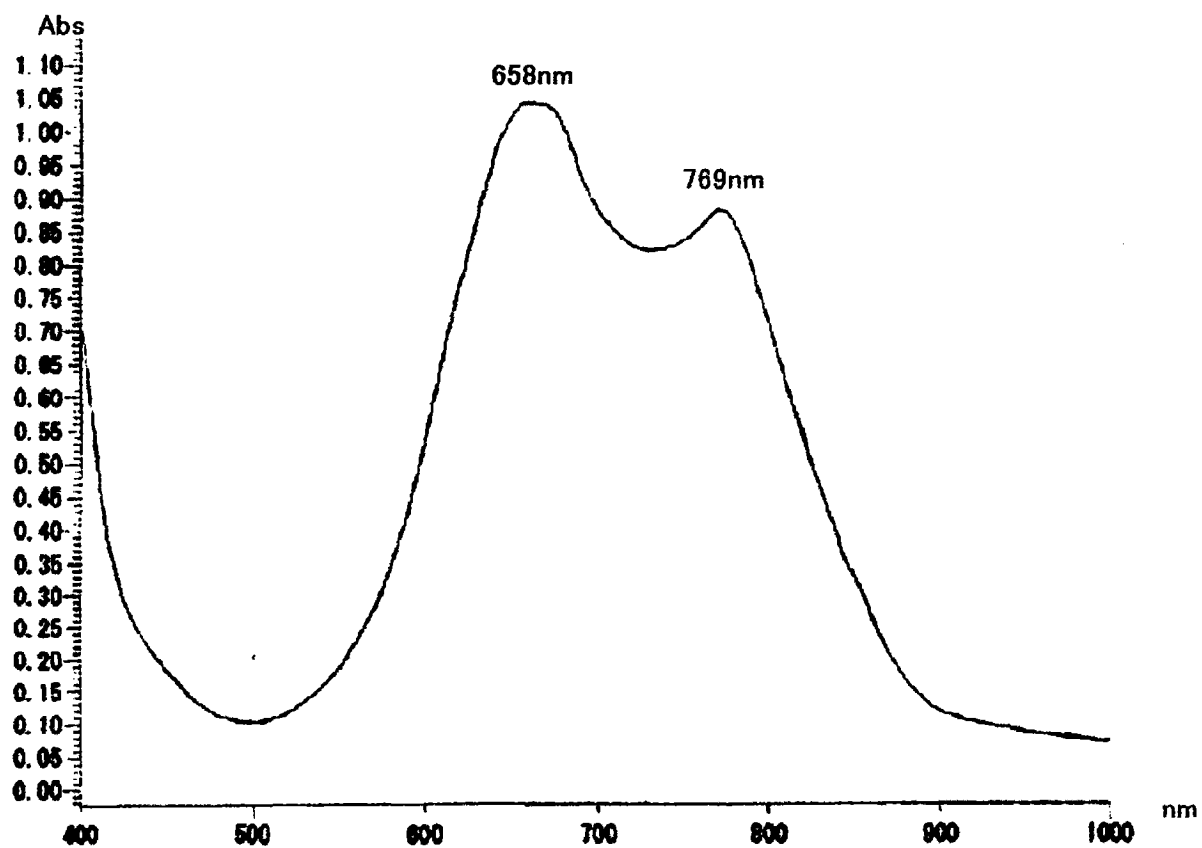


图 13

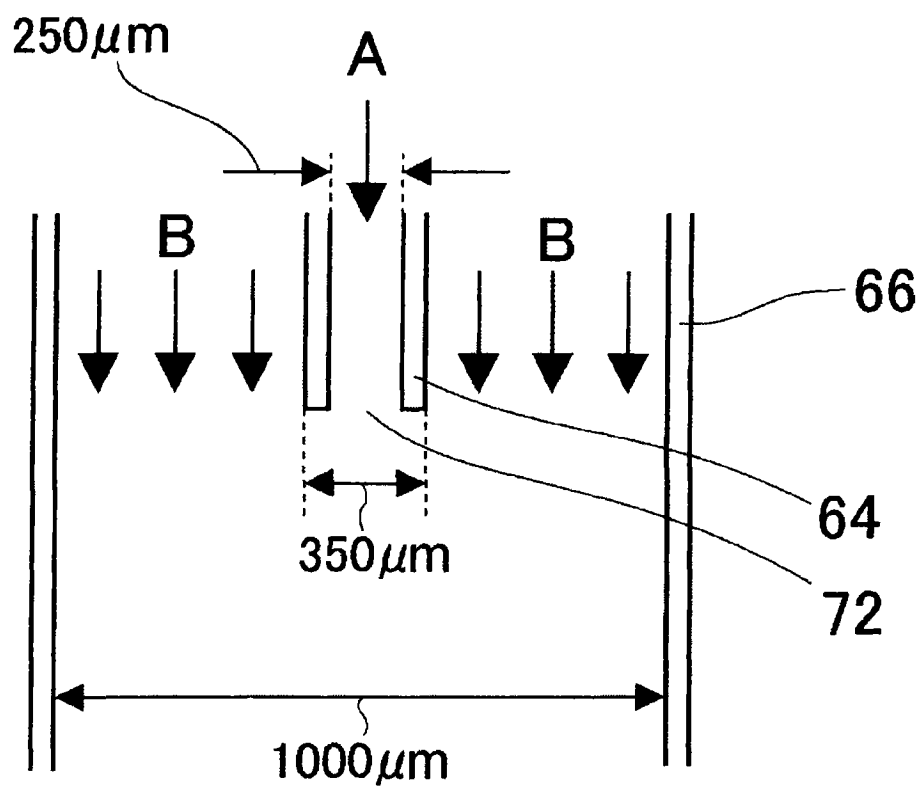


图 14

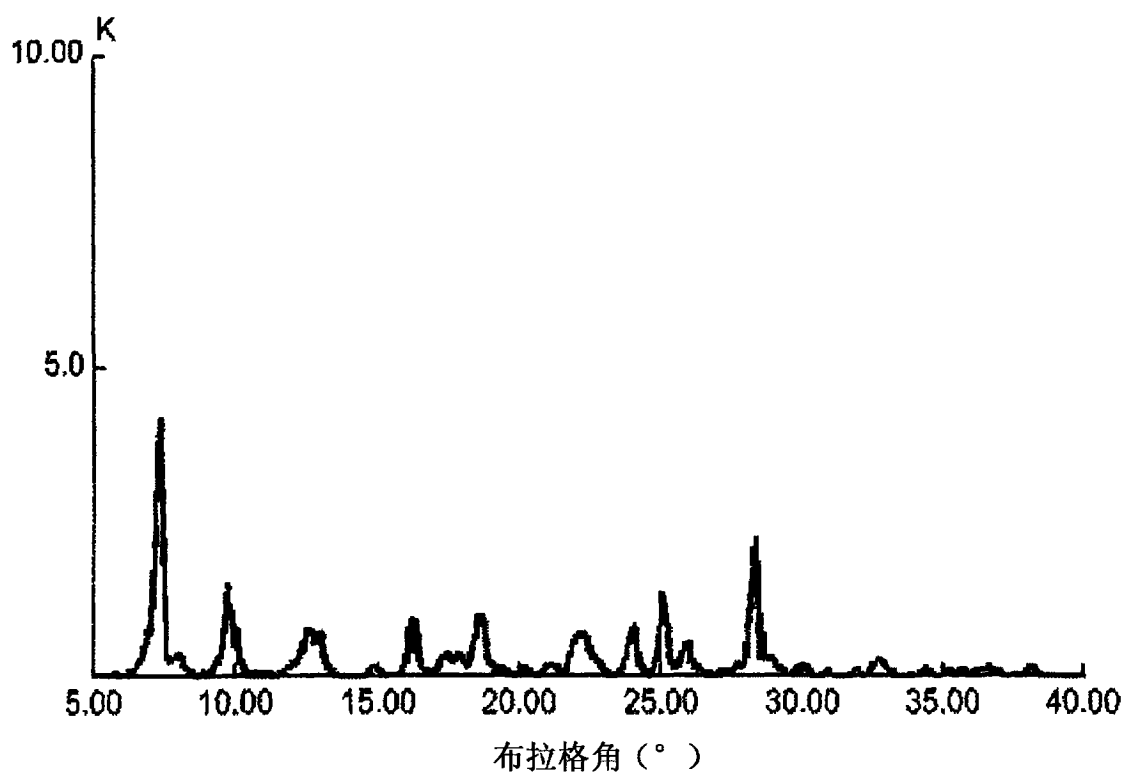


图 15

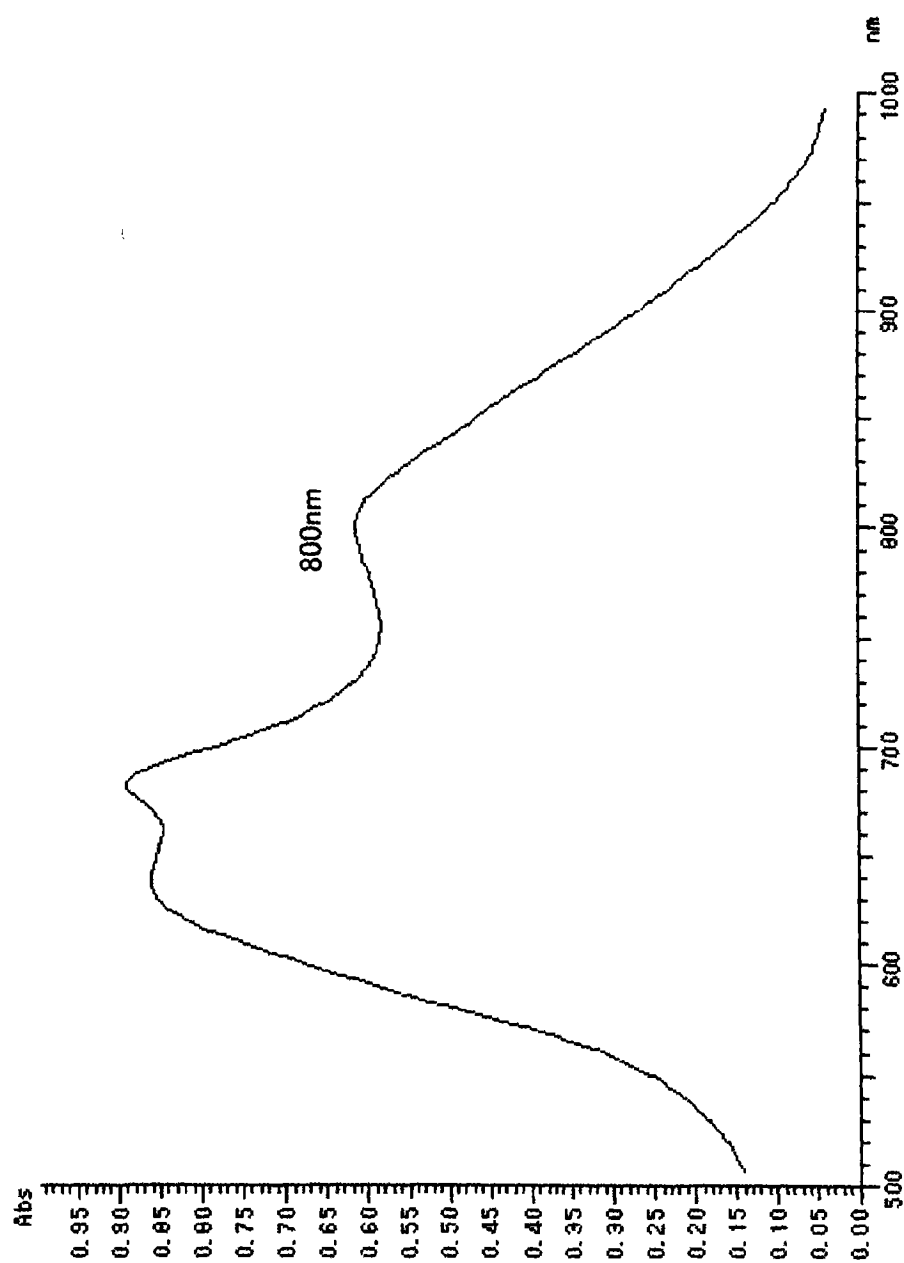


图 16