

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2007-127922

(P2007-127922A)

(43) 公開日 平成19年5月24日(2007.5.24)

(51) Int. Cl.	F I			テーマコード (参考)	
G03G 5/00 (2006.01)	G03G	5/00	101	2H068	
G03G 5/05 (2006.01)	G03G	5/05	102		

審査請求 未請求 請求項の数 16 O L (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願2005-321889 (P2005-321889)
 (22) 出願日 平成17年11月7日 (2005.11.7)

(71) 出願人 000006747
 株式会社リコー
 東京都大田区中馬込1丁目3番6号
 (74) 代理人 100090527
 弁理士 館野 千恵子
 (72) 発明者 江川 豪
 東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式
 会社リコー内
 (72) 発明者 伊藤 修
 東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式
 会社リコー内
 Fターム(参考) 2H068 AA19 AA20 BA16 BA22 BA43
 EA16

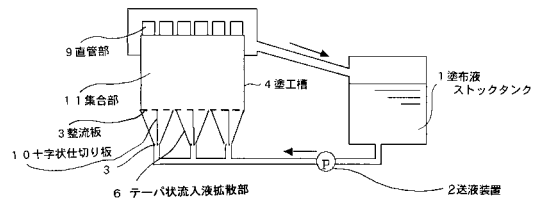
(54) 【発明の名称】 電子写真感光体製造装置及び製造方法

(57) 【要約】

【課題】同時に多数本を一浴構造の塗工槽にて塗工する際に塗工槽内の流れに淀みが発生しないようにし、塗布液の置換効率を高め、塗布液の粘度上昇発生を防ぐことにより均一な塗膜を得る。

【解決手段】塗布液ストックタンク1より送液装置にて塗布液を塗工槽下方より流入させ上端よりオーバーフローをさせて液面高さを制御し、かつ電子写真感光体基体を同時に多数本を浸漬して塗工する一浴構造の塗工槽を有する電子写真感光体製造装置であって、一浴構造の塗工槽は、感光体基体個別毎に同配列に設けられた直管部9と、集合部11と一つ以上のテーパ状流入液拡散部6とを具備しており、各テーパ状流入液拡散部6に二枚以上の整流板3が設けられていることを特徴とする電子写真感光体製造装置を提供する。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

塗布液ストックタンクから送液装置によって塗布液を塗工槽下方より流入させ、上端よりオーバーフローをさせて液面高さを制御し、かつ電子写真感光体基体を同時に多数本を浸漬して塗工する一浴構造の塗工槽を有する電子写真感光体製造装置であって、

前記一浴構造の塗工槽は、感光体基体個別毎に同配列に設けられた直管部と、集合部と、一つ以上のテーパ状流入液拡散部とを具備しており、

各テーパ状流入液拡散部に、二枚の整流板が設けてあることを特徴とする電子写真感光体製造装置。

【請求項 2】

前記テーパ状流入液拡散部は、少なくとも集合部の一辺が 200 mm 以下ごとで区切られており、一つ以上が配列されていることを特徴とする請求項 1 に記載の電子写真感光体製造装置。

【請求項 3】

前記テーパ状流入液拡散部は、集合部の一辺が 150 mm 以下ごとで区切られて、一つ以上が配列されていることを特徴とする請求項 1 に記載の電子写真感光体製造装置。

【請求項 4】

前記整流板は、浸漬塗工中に前記電子写真感光体基体と干渉しないように、当該感光体基体が浸漬最下端位置より下方に二枚設置されており、そのうちの上部に設置される一枚は、前記テーパ状流入液拡散部上方で前記集合部内形と同程度の内径であり、そのうちの最下部に設置される一枚は、前記テーパ状流入液拡散部下方で塗布液流入配管内径と同程度の内径であることを特徴とする請求項 1 に記載の電子写真感光体製造装置。

【請求項 5】

前記整流板は、多孔板であることを特徴とする請求項 1 に記載の電子写真感光体製造装置。

【請求項 6】

前記多孔板の開口率は、30% から 60% の範囲であることを特徴とする請求項 5 に記載の電子写真感光体製造装置。

【請求項 7】

前記多孔板の孔径は、0.5 mm 以上 5 mm 以下の範囲であることを特徴とする請求項 5 に記載の電子写真感光体製造装置。

【請求項 8】

前記テーパ状流入液拡散部のテーパ角度は、45 度以下であることを特徴とする請求項 1 に記載の電子写真感光体製造装置。

【請求項 9】

前記テーパ状流入液拡散部の内部に十字状の仕切り板が設置されていることを特徴とする請求項 1 に記載の電子写真感光体製造装置。

【請求項 10】

前記感光体基体個別毎に同配列に設けられた直管部の内径は、少なくとも感光体基体外形より 1.4 mm 以上大きいことを特徴とする請求項 1 に記載の電子写真感光体製造装置。

【請求項 11】

前記感光体基体個別毎に同配列に設けられた直管部の内径が、感光体基体外形より 30 mm 以上大きいことを特徴とする請求項 1 に記載の電子写真感光体製造装置。

【請求項 12】

前記感光体基体個別毎に同配列に設けられた直管部の高さは、少なくとも感光体基体外形の高さ以上であることを特徴とする請求項 1 に記載の電子写真感光体製造装置。

【請求項 13】

前記感光体基体個別毎に同配列に設けられた直管部の高さは、感光体基体外形の 2 倍以上であることを特徴とする請求項 1 に記載の電子写真感光体製造装置。

【請求項 14】

10

20

30

40

50

請求項 1 乃至 1 3 のいずれか一項に記載の塗工槽にて電子写真感光体を製造することを特徴とする電子写真感光体製造方法。

【請求項 1 5】

請求項 1 乃至 1 3 のいずれか一項に記載の電子写真感光体製造装置にて塗工されたものであることを特徴とする電子写真感光体。

【請求項 1 6】

感光層が電荷発生層と電荷輸送層の積層構成からなる電子写真感光体であることを特徴とする請求項 1 5 に記載の電子写真感光体。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0001】

本発明は、電子写真感光体製造装置及び製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

電子写真感光体の塗工には、一度に大量に生産するために浸漬塗工法が用いられている。

浸漬法の問題として、チキソトロピー性塗布液を循環した際に、塗工槽内に局所的に粘度上昇した塗布液のよどみが発生してしまうことがある。このため、塗工液の流れを制御して液のよどみが発生しないようにすることが必要である。

よどみが発生したまま生産を続けると、円筒状基体を浸漬塗付時に粘度上昇した塗布液が基体表面に付着し、塗膜厚みムラとなり、複写機にて画像出しすると画像濃淡ムラとして品質面の致命的な問題が生じる。

20

また、塗工槽内のよどみを除去しようとして、生産を止め内部を攪拌すれば、生産性が低下する問題を起こし、もしくは塗工槽内に攪拌用インペラ等を設置したとしてもインペラの摺動部からの異物発生、インペラにより槽内が乱流となり基体に流れムラ発生等の他欠陥を発生させてしまうおそれがある。

チキソトロピー性の塗布液を使用した際、液の性質状、静置しておけば、ゲル状に固まって粘度上昇し、揺り動かすと、動いている間だけゾルに変わって流動性が現れる。このため、局所的な粘度上昇は、塗工槽内が整流化されずに液の流動がほとんど無く、渦となるような流れのよどみ箇所があると発生する。

30

【0003】

また、近年好まれている、高感度、高解像度な感光体を製造するためには、均一な塗膜厚みが要求され、塗工槽内のよどみの改善が重要視されている。かかる点につき、特に、いわゆる C G L 層を塗工する場合に問題となる。

【0004】

従来においては、球状物体の集合した整流層を設け、塗工槽内の流れを整流化し、均一な皮膜を有する製造装置により、特性に優れる電子写真用感光体を製造する技術についての提案がなされている（例えば、特許文献 1 参照。）。

これにおいては、整流層全体に塗布液の流れを発生させることができなく、中心部に塗布液が流れやすく、壁面側の球状物体間で塗布液の流速が遅くなるため、チキソトロピー性塗布液を循環した際に壁面側の球状物体同士の隙間で塗布液の粘度上昇が発生する。このことにより、粘度上昇した塗布液が円筒状基体に付着すると濃淡ムラとなり画像欠陥となるという問題を有している。

40

【0005】

また、従来においては、整流板を設けることで、槽内の流速をコントロールする技術についての提案もなされているが（例えば、特許文献 2 乃至 4 参照。）、この技術においては、整流板がテーパ上部に一枚設置されるだけで充分であるとされている。

しかし、実際には、チキソトロピー性塗布液を循環した際に整流板の下方のテーパ内で淀み箇所が発生し、塗布液の粘度上昇が発生し、このことより、粘度上昇した塗布液が円筒状基体に付着すると濃淡ムラとなり画像欠陥となる。

50

【0006】

また、従来においては、被塗布物を浸漬する際に、被塗布物下部付近の流れを塗布槽壁面方向に向かうように制御する方式として、逆円錐型フロートを塗布液面に浮かせておき、被塗布物を浸漬する際に、共に浸漬し流れをつくることで、チキソトロピー性の塗布液を用いた浸漬塗工での濃淡ムラを防止する技術についての提案もなされているが（例えば、特許文献5参照。）、生産効率を上げるため、塗布液を低粘度化し浸漬、引上げ速度を上げるとフロートと塗工槽内壁の隙間が狭いため、引上げ時に隙間の流速が一部分的に早くなり縦筋状の濃淡ムラが発生するという問題を有している。この技術は、発生した淀みを再度分散するものであって、淀みを根本的に発生させない技術ではない。

【0007】

従来、顔料分散型の塗布液には、流れ等の力が加わると、粘性が変化するチキソトロピー性の性質を持つものがあり、塗工槽内でチキソトロピー性塗布液を循環していると槽内の流れに塗布液の流速が遅く、また渦となる淀み箇所が発生すると淀み部分の塗布液が粘度上昇してしまう。

円筒状基体を浸漬引き上げを行い、塗膜形成中にこの粘度上昇した塗布液が円筒状基体に付着すると濃淡ムラとなり画像欠陥となる。

【0008】

従来、一枚の整流板、もしくは球状物体による整流層にて塗工槽内の整流機構より上方の整流を行う技術が提案されていたが、この方法では、塗布液流入配管口径から塗工槽口径に拡散する整流板下方のテーパ部やテーパ部壁面側の球状物体の隙間に塗布液の流速が遅く、また渦となる淀み箇所が発生する。この技術にてチキソトロピー性の塗布液を循環すると、循環後時間が経つと淀み部の粘度が上昇し、塗工槽内の塗布液粘度が不均一となり、この塗布液が円周状基体に付着することで濃淡ムラとなってしまう。

【0009】

【特許文献1】特開平8-320580号公報

【特許文献2】特開平6-254459号公報

【特許文献3】特開平10-43652号公報

【特許文献4】特開2002-49162号公報

【特許文献5】特開平10-48849号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

そこで本発明においては、上述した従来技術の問題点に鑑みて、同時に多数本を一浴構造の塗工槽に浸漬引上げして塗膜形成する場合に、塗工槽内の流れに淀みが発生しないような塗工槽構造とすることで、槽内の流れを整流化し、淀みの発生を抑制して塗布液の置換効率を高め、塗布液の粘度上昇発生を防ぐこととした。

【課題を解決するための手段】

【0011】

本発明においては、塗布液ストックタンクから送液装置により塗布液を塗工槽下方より流入させ上端よりオーバーフローをさせて液面高さを制御し、かつ電子写真感光体基体を同時に多数本を浸漬して塗工可能な一浴構造の塗工槽を有する電子写真感光体製造装置であって、一浴構造の塗工槽は、感光体基体個別毎に同配列に設けられた直管部と、集合部と、一つ以上のテーパ状流入液拡散部とを具備しており、各テーパ状流入液拡散部に、二枚の整流板が設けられている構成の電子写真感光体製造装置を提供する。

【0012】

請求項2の発明においては、前記テーパ状流入液拡散部は、少なくとも集合部の一辺が200mm以下ごとで区切られて、一つ以上が配列されていることとした請求項1に記載の電子写真感光体製造装置を提供する。

【0013】

請求項3の発明においては、前記テーパ状流入液拡散部は、集合部の一辺が150m

10

20

30

40

50

m以下ごとで区切られて、一つ以上が配列されていることとした請求項1に記載の電子写真感光体製造装置を提供する。

【0014】

請求項4の発明においては、前記整流板は、浸漬塗工中に前記電子写真感光体基体と干渉しないように、当該感光体基体が浸漬最下端位置より下方に二枚設置されており、そのうちの上部に設置される一枚は、前記テーパ状流入液拡散部上方で前記集合部内径と同程度の内径であり、そのうちの最下部に設置される一枚は、前記テーパ状流入液拡散部下方で塗布液流入配管内径と同程度の内径であることとした請求項1に記載の電子写真感光体製造装置を提供する。

【0015】

請求項5の発明においては、前記整流板が、多孔板であることとした請求項1に記載の電子写真感光体製造装置を提供する。

【0016】

請求項6の発明においては、前記多孔板の開口率が、30%から60%の範囲とした請求項5に記載の電子写真感光体製造装置を提供する。

【0017】

請求項7の発明においては、前記多孔板の孔径が、0.5mm以上5mm以下の範囲であることとした請求項5に記載の電子写真感光体製造装置を提供する。

【0018】

請求項8の発明においては、前記テーパ状流入液拡散部のテーパ角度が、45度以下であることとした請求項1に記載の電子写真感光体製造装置を提供する。

【0019】

請求項9の発明においては、前記テーパ状流入液拡散部の内部に十字状の仕切り板が設置されていることとした請求項1に記載の電子写真感光体製造装置を提供する。

【0020】

請求項10の発明においては、前記感光体基体個別毎に同配列に設けられた直管部の内径は、少なくとも感光体基体外形より1.4mm以上であることとした請求項1に記載の電子写真感光体製造装置を提供する。

【0021】

請求項11の発明においては、前記感光体基体個別毎に同配列に設けられた直管部の内径が、感光体基体外形より3.0mm以上であることとした請求項1に記載の電子写真感光体製造装置を提供する。

【0022】

請求項12の発明においては、前記感光体基体個別毎に同配列に設けられた直管部の高さが、少なくとも感光体基体外形の高さ以上であることとした請求項1に記載の電子写真感光体製造装置を提供する。

【0023】

請求項13の発明においては、前記感光体基体個別毎に同配列に設けられた直管部の高さが、感光体基体外形の2倍以上であることとした請求項1に記載の電子写真感光体製造装置を提供する。

【0024】

請求項14の発明においては、請求項1乃至13のいずれか一項に記載の塗工槽にて電子写真感光体を製造することとした電子写真感光体の製造方法を提供する。

【0025】

請求項15の発明においては、請求項1乃至13のいずれか一項に記載の電子写真感光体製造装置にて塗工されたものである電子写真感光体を提供する。

【0026】

請求項16の発明においては、感光層が電荷発生層と電荷輸送層の積層構成からなる電子写真感光体であることとした請求項15に記載の電子写真感光体を提供する。

【発明の効果】

10

20

30

40

50

【0027】

本発明の電子写真感光体製造装置により、塗工槽内の流れを整流化し淀みの発生を抑えることで、塗布液の置換効率を高め塗布液の粘度上昇発生を防ぐことができるようになった。

また、請求項10乃至13のいずれか一項に記載の電子写真感光体製造装置によれば、塗工槽よりオーバーフローする流れを、感光体基体個別に制御することが可能となり、高品質な塗膜を形成することができた。

また、請求項14に係る電子写真感光体製造方法により、粘度上昇の発生しない塗工槽にて浸漬塗布を行うことで、濃淡ムラのない均一な塗膜を成形された電子写真感光体を製造することができるようになった。

10

また、請求項15、16に記載の発明により、濃淡ムラのない均一な塗膜を成形された電子写真感光体により高画質な画像が得られるようになった。

【0028】

すなわち本発明においては、2枚の整流板を設け、より好ましくは、テーパ状の流入液拡散部の個数、角度、整流板形状（開口率、孔径）、十字状仕切り板を規定することにより、塗布液が塗布液流入配管から流入し塗工槽内径に拡散しオーバーフローする槽内の流れを整流化し淀みの発生を抑えることで塗布液の置換効率を高め塗布液の粘度上昇発生を防ぐことが可能となった。よって、濃淡ムラのない均一な塗膜を成形された電子写真感光体を製造できた。

【0029】

また、本発明は、チキソトロピー性の塗布液体にて粘度上昇の濃淡ムラを防止することを目的としているが、粘度上昇を防止する上で、塗工槽内の流れの整流化を行い、置換効率を高めるため、分散性液の沈降防止、槽内の異物の滞留防止、塗布液温度の安定化の効果も確認されており、ニュートン性液体にも活用可能である。

20

【発明を実施するための最良の形態】

【0030】

以下、本発明の実施の形態について詳細に説明するが、本発明は、以下の例に限定されるものではない。

【0031】

先ず、請求項1の発明の具体例としては、図1に電子写真感光体製造装置の概略図を示す。

30

この装置は、塗布液ストックタンク1よりポンプ等の送液装置2にて塗布液を塗工槽4の下方より流入させ、上端よりオーバーフローをさせて液面高さを制御し、かつ電子写真感光体基体を同時に多数本を浸漬して塗工する一浴構造の塗工槽4を有している。

一浴構造の塗工槽4には、感光体基体個別毎に同配列に設けられた直管部9と、集合部11と一つ以上のテーパ状流入液拡散部6とが設けられており、各テーパ状流入液拡散部6には、2枚以上の整流板3が設けられており、これにより槽内の流れを整流化するようになされている。

整流板3は、塗工槽のテーパ状流入液拡散部6の所定位置に着脱自在に配置されており、例えば粘度が異なる塗工液を適用するごとに、異なる開口率、孔径の整流板と入れ替えることができるようになされている。

40

【0032】

整流板3の具体的な要部の概略平面図を図2に示す。但し、整流板3は、図2に示す構造に限定されるものではない。

設置箇所：図1のテーパ状流入液拡散部の上側及び下側の2枚

整流板3の穴径：2mm

孔配列ピッチ：3mmで60度千鳥配列

【0033】

本装置の活用範囲としては、塗膜を浸漬塗工にて形成する工程上、塗工液は、1mPa・s～800mPa・s程度のものが好ましい。

50

槽内平均流速は、 $0.003\text{ m/s} \sim 0.02\text{ m/s}$ であることが好ましい。

【0034】

次に、図1に示した装置により製造される電子写真感光体について説明する。

〔支持体〕

電子写真感光体を構成する導電性支持体としては、体積抵抗 $10^{10}\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$ 以下の導電性を示すもの、例えば、アルミニウム、ニッケル、クロム、ニクロム、銅、金、銀、白金等の金属、酸化スズ、酸化インジウム等の金属酸化物を、蒸着、またはスパッタリングにより、フィルム状もしくは円筒状のプラスチック、紙に被覆したもの、あるいは、アルミニウム、アルミニウム合金、ニッケル、ステンレス等の板、およびそれらを押出し、引き抜き等の工法で素管化後、切削、超仕上げ、研磨等の表面処理した管等を使用できる。

10

また、特開昭52-36016号公報に開示されているエンドレスニッケルベルト、エンドレスステンレスベルトも導電性支持体として適用できる。

この他、上記支持体上に導電性粉体を適当な結着樹脂に分散して塗工したものについても、導電性支持体として適用できる。

【0035】

〔感光層〕

感光層は、単層型でも積層型でもよいが、先ず、電荷発生層について説明する。

電荷発生層は、電荷発生物質を主成分とする層であって、必要に応じてバインダー樹脂を用いる。

20

電荷発生物質としては、無機系材料と有機系材料を適用できる。

無機系材料としては、結晶セレン、アモルファス・セレン、セレン-テルル、セレン-テルル-ハロゲン、セレン-ヒ素化合物等が挙げられる。

一方、有機系材料としては、公知の材料を適用でき、例えば、金属フタロシアニン、無金属フタロシアニンなどのフタロシアニン系顔料、アズレニウム塩顔料、スクエアリック酸メチン顔料、カルバゾール骨格を有するアゾ顔料、トリフェニルアミン骨格を有するアゾ顔料、ジフェニルアミン骨格を有するアゾ顔料、ジベンゾチオフェン骨格を有するアゾ顔料、フルオレノン骨格を有するアゾ顔料、オキサジアゾール骨格を有するアゾ顔料、ビスチルベン骨格を有するアゾ顔料、ジスチリルオキサジアゾール骨格を有するアゾ顔料、ジスチリルカルバゾール骨格を有するアゾ顔料、ペリレン系顔料、アントラキノン系又は多環キノ系顔料、キノイミン系顔料、ジフェニルメタン及びトリフェニルメタン系顔料、ベンゾキノ及びナフトキノ系顔料、シアニン及びアゾメチン系顔料、インジゴイド系顔料、ビスベンズイミダゾール系顔料等が挙げられる。

30

これらの電荷発生物質は、単独で用いてもよく、2種以上の混合物として用いてもよい。

【0036】

感光体の感光層は単層構成でも積層構成でもよいが、先ず、電荷発生層と電荷輸送層とにより構成される積層構成の場合について説明する。

電荷発生層は、電荷発生物質を主成分とする層である。

電荷発生層には、公知の電荷発生物質を適用でき、例えば、モノアゾ顔料、ジスアゾ顔料、トリスアゾ顔料、ペリレン系顔料、ペリノン系顔料、キナクリドン系顔料、キノ系縮合多環化合物、スクエアリック酸系染料、他のフタロシアニン系顔料、ナフトロシアニン系顔料、アズレニウム塩系染料等が挙げられ用いられる。

40

これらの電荷発生物質は、単独で用いてもよく、2種以上混合して用いてもよい。

【0037】

電荷発生層は、電荷発生物質を必要に応じて結着樹脂とともに適当な溶剤中にボールミル、アトライター、サンドミル、超音波等を用いて分散し、これを導電性支持体上に塗布し、乾燥することにより形成される。

結着樹脂としては、ポリアミド、ポリウレタン、エポキシ樹脂、ポリケトン、ポリカーボネート、シリコーン樹脂、アクリル樹脂、ポリビニルブチラール、ポリビニルホルマー

50

ル、ポリビニルケトン、ポリスチレン、ポリスルホン、ポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリアクリルアミド、ポリビニルベンザール、ポリエステル、フェノキシ樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、ポリ酢酸ビニル、ポリフェニレンオキシド、ポリアミド、ポリビニルピリジン、セルロース系樹脂、カゼイン、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン等が挙げられる。

結着樹脂の量は、電荷発生物質100重量部に対し、0~500重量部、好ましくは10~300重量部とする。

【0038】

結着樹脂の添加は、分散前あるいは分散後どちらであってもよい。

適用可能な溶剤としては、例えば、イソプロパノール、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン、テトラヒドロフラン、ジオキサン、エチルセルソルブ、酢酸エチル、酢酸メチル、ジクロロメタン、ジクロロエタン、モノクロロベンゼン、シクロヘキサン、トルエン、キシレン、リグロイン等が挙げられるが、特にケトン系溶媒、エステル系溶媒、エーテル系溶媒が好適である。これらは単独で用いてもよく、二種以上混合して用いてもよい。

10

【0039】

電荷発生層は、電荷発生物質、溶媒、及び結着樹脂を主成分とするが、増感剤、分散剤、界面活性剤、シリコンオイル等を含んでもよい。

塗布液の塗工法としては、浸漬塗工法、スプレーコート、ビートコート、ノズルコート、スピナーコート、リングコート等の方法が適用できる。

20

電荷発生層の膜厚は、0.01~5 μ m程度が適当であり、好ましくは0.1~2 μ mである。

【0040】

電荷輸送層は、電荷輸送物質、及び結着樹脂を、適当な溶剤に溶解ないし分散し、これを電荷発生層上に塗布、乾燥することにより形成できる。

また、必要により単独あるいは2種以上の可塑剤、レベリング剤等を添加してもよい。

電荷輸送物質には、正孔輸送物質と電子輸送物質とがある。

電子輸送物質としては、例えばクロルアニル、プロムアニル、テトラシアノエチレン、テトラシアノキノジメタン、2,4,7-トリニトロ-9-フルオレノン、2,4,5,7-テトラニトロ-9-フルオレノン、2,4,5,7-テトラニトロキサントン、2,4,8-トリニトロチオキサントン、2,6,8-トリニトロ-4H-インデノ〔1,2-b〕チオフェン-4-オン、1,3,7-トリニトロジベンゾチオフェン-5,5-ジオキサイド、ベンゾキノ誘導体等の電子受容性物質が挙げられる。

30

正孔輸送物質としては、ポリ-N-ビニルカルバゾールおよびその誘導体、ポリ-カルバゾリルエチルグルタメートおよびその誘導体、ピレン-ホルムアルデヒド縮合物およびその誘導体、ポリビニルピレン、ポリビニルフェナントレン、ポリシラン、オキサゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、イミダゾール誘導体、モノアリアルアミン誘導体、ジアリアルアミン誘導体、トリアリアルアミン誘導体、スチルベン誘導体、フェニルスチルベン誘導体、ベンジジン誘導体、ジアリアルメタン誘導体、トリアリアルメタン誘導体、9-スチリルアントラセン誘導体、ピラゾリン誘導体、ジビニルベンゼン誘導体、ヒドラゾン誘導体、インデン誘導体、プタジェン誘導体、ピレン誘導体等、ビススチルベン誘導体、エナミン誘導体等、その他公知の材料が挙げられる。これらの電荷輸送物質は単独で用いてもよく、2種以上混合して用いてもよい。

40

【0041】

結着樹脂としては、ポリスチレン、スチレン-アクリロニトリル共重合体、スチレン-プタジエン共重合体、スチレン-無水マレイン酸共重合体、ポリエステル、ポリ塩化ビニル、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、ポリ酢酸ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリアリレート樹脂、フェノキシ樹脂、ポリカーボネート、酢酸セルロース樹脂、エチルセルロース樹脂、ポリビニルブチラール、ポリビニルホルマール、ポリビニルトルエン、ポリ-N-ビニルカルバゾール、アクリル樹脂、シリコン樹脂、エポキシ樹脂、メラミン樹脂、

50

ウレタン樹脂、フェノール樹脂、アルキッド樹脂等の熱可塑性または熱硬化性樹脂が挙げられる。

電荷輸送物質の量は、結着樹脂 100 重量部に対し、20 ~ 300 重量部、好ましくは 40 ~ 150 重量部が適当である。

また、電荷輸送層の膜厚は、解像度・応答性の点から、25 μm 以下とすることが好ましい。

下限値に関しては、使用するシステム（特に帯電電位等）により異なるが、5 μm 以上が好ましい。

【0042】

溶剤としては、テトラヒドロフラン、ジオキサン、トルエン、ジクロロメタン、モノクロロベンゼン、ジクロロエタン、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン、アセトン等が適用できる。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を混合して用いてもよい。

感光層が上記のような積層構成をとる場合、感光層中に含有されるべき有機硫黄系化合物は電荷輸送層に含有させるようにすることがより好ましい。

【0043】

次に、感光層が単層構成である場合について説明する。

単層の感光層には、上述した電荷発生物質、電荷輸送物質、結着樹脂等について同様のものを適用できる。

感光層は、電荷発生物質、電荷輸送物質、上述の硫黄系化合物、及び結着樹脂を、適当な溶剤に溶解ないし分散し、これを塗布、乾燥することによって形成できる。

また、必要により可塑剤やレベリング剤等を添加することもできる。

結着樹脂 100 重量部に対する電荷発生物質の量は、5 ~ 40 重量部が好ましく、電荷輸送物質の量は 0 ~ 190 重量部が好ましく、さらに好ましくは 50 ~ 150 重量部である。

感光層は、電荷発生物質、結着樹脂を電荷輸送物質とともにテトラヒドロフラン、ジオキサン、ジクロロエタン、シクロヘキサノン等の溶媒を用いて分散機等で分散した塗工液を、浸漬塗工法やスプレーコート、ビードコート、リングコートなどで塗工して形成できる。

感光層の膜厚は、5 ~ 25 μm 程度が適当である。

【0044】

次に、保護層について説明する。

保護層は、フィラー材料を結着樹脂とともに適当な溶剤を介して分散せしめるとともに、ヒンダードアミン構造とヒンダードフェノール構造の両構造を有する化合物を添加、溶解させ、これを感光層上に塗布、乾燥することにより形成される。

感光体の最表層である保護層にヒンダードアミン構造とヒンダードフェノール構造の両構造を有する化合物を併用することにより、長期間の繰り返し使用によるオゾン等の活性ガスから感光体の劣化を抑制するため、耐摩耗性だけでなく画像安定性を飛躍的に向上させることが可能となる。

【0045】

フィラー材料と、ヒンダードアミン構造とヒンダードフェノール構造の両構造を有する化合物の比率は、フィラーに対して 0.01 wt% ~ 50 wt%、さらに好ましくは 0.1 wt% ~ 20 wt% である。添加量が多すぎると、耐摩耗性が低下してしまい、他方において添加量が少なすぎると異常画像抑制効果が十分に発揮できなくなる。

【0046】

保護層に使用される結着樹脂材料としては、例えば、ABS樹脂、ACS樹脂、オレフィン-ビニルモノマー共重合体、塩素化ポリエーテル、アリール樹脂、フェノール樹脂、ポリアセタール、ポリアミド、ポリアミドイミド、ポリアクリレート、ポリアリルスルホン、ポリブチレン、ポリブチレンテレフタレート、ポリカーボネート、ポリエーテルスルホン、ポリエチレン、ポリエチレンテレフタレート、ポリイミド、アクリル樹脂、ポリメチルペンテン、ポリプロピレン、ポリフェニレンオキシド、ポリスルホン、ポリスチレン

10

20

30

40

50

、ポリアリレート、AS樹脂、ブタジエン-スチレン共重合体、ポリウレタン、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、エポキシ樹脂等の樹脂が挙げられる。

フィラーの分散性、残留電位、塗膜欠陥の点からは、特に、ポリカーボネートあるいはポリアリレートが有効かつ有用である。

【0047】

フィラーは、一般に有機性フィラーと無機性フィラーに分類される。

有機性フィラー材料としては、ポリテトラフルオロエチレンのようなフッ素樹脂粉末、シリコン樹脂粉末、 α -カーボン粉末等が挙げられ、無機性フィラー材料としては、銅、スズ、アルミニウム、インジウム等の金属粉末、シリカ、酸化錫、酸化亜鉛、酸化チタン、アルミナ、酸化ジルコニウム、酸化インジウム、酸化アンチモン、酸化ビスマス、酸化カルシウム、アンチモンをドーブした酸化錫、錫をドーブした酸化インジウム等の金属酸化物、フッ化錫、フッ化カルシウム、フッ化アルミニウム等の金属フッ化物、チタン酸カリウム、窒化硼素等が挙げられる。

10

これらのフィラーの中で、フィラーの硬度の点から無機フィラーである無機顔料を用いることが耐摩耗性の向上に対し有利である。

さらに、これらのフィラーは、少なくとも一種の表面処理剤で表面処理させることが可能であり、そうすることがフィラーの分散性の面から好ましい。

フィラーの分散性の低下は、残留電位の上昇だけでなく、塗膜の透明性の低下や塗膜欠陥の発生、さらには耐摩耗性の低下をも引き起こすため、高耐久化あるいは高画質化を妨げる大きな問題に発展する可能性がある。

20

【0048】

表面処理剤としては、従来用いられている表面処理剤を使用することができるが、フィラーの絶縁性を維持できる表面処理剤が好ましい。

例えば、チタネート系カップリング剤、アルミニウム系カップリング剤、ジルコアルミニウム系カップリング剤、高級脂肪酸等、あるいはこれらとシランカップリング剤との混合処理や、 Al_2O_3 、 TiO_2 、 ZrO_2 、シリコーン、ステアリン酸アルミニウム等、あるいはそれらの混合処理がフィラーの分散性及び画像ボケの点からより好ましい。

シランカップリング剤による処理は、画像ボケの影響が強くなるが、上記の表面処理剤とシランカップリング剤との混合処理を施すことにより、その影響を抑制できる場合がある。表面処理量については、用いるフィラーの平均一次粒径によって異なるが、3~30 wt%が適しており、5~20 wt%がより好ましい。

30

表面処理量がこれよりも少ないとフィラーの分散効果が得られず、また多すぎると残留電位の著しい上昇を引き起こす。

【0049】

溶剤としては、テトラヒドロフラン、ジオキサン、トルエン、ジクロロメタン、モノクロロベンゼン、ジクロロエタン、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン、アセトン等、電荷輸送層で使用される溶剤をいずれも適用できる。

但し、分散時には粘度が高い溶剤が好ましいが、塗工時には揮発性が高い溶剤が好ましい。これらの条件を満たす溶剤がない場合には、各々の物性を有する溶剤を2種以上混合させて使用することが可能であり、フィラーの分散性や残留電位に対して大きな効果を有する場合がある。

40

【0050】

また、保護層に電荷輸送層で挙げた電荷輸送物質を添加することは、残留電位の低減、及び画質向上に対して有効かつ有用である。その際、保護層中に含有される電荷輸送物質のイオン化ポテンシャル(I_p)が、感光層中に含有される電荷輸送物質の(I_p)と同じか、より小さくなるような電荷輸送物質を保護層に添加することによって、保護層への電荷注入性が向上することにより、残留電位をより低減できる効果を有する。

なお、イオン化ポテンシャル(I_p)は、分光学的に求める方法、電気化学的に求める方法等、種々の方法を用いて測定することができる。

【0051】

50

前記フィラー材料は、ボールミル、アトライター、サンドミル、超音波等の従来方法を用いて分散できる。特に、外界からの不純物の混入が少ないボールミルによる分散が、分散性の点からより好ましい。

【0052】

使用されるメディアの材質については、従来使用されているジルコニア、アルミナ、メノウ等メディアをいずれも使用できる。

また、フィラーの平均一次粒径は、 $0.01 \sim 0.5 \mu\text{m}$ であることが、保護層の光透過率や耐摩耗性の点から好ましい。

フィラーの平均一次粒径が $0.01 \mu\text{m}$ 以下の場合には、耐摩耗性の低下、分散性の低下等を引き起こし、 $0.5 \mu\text{m}$ 以上の場合には、フィラーの沈降性が促進されたり、トナーのフィルミングが発生したりする可能性がある。

【0053】

保護層の形成法としては、浸漬塗工法、スプレーコート、ビートコート、ノズルコート、スピナーコート、リングコート等の従来方法を用いることができるが、特に、塗膜の均一性の面からスプレーコートが望ましい。

さらに、保護層の必要膜厚を一度で塗工し、保護層を形成することも可能であるが、2回以上重ねて塗工し、保護層を多層にする方が、膜中におけるフィラーの均一性の面からより好ましい。

そうすることによって、残留電位の低減、解像度の向上、及び耐摩耗性の向上に対し、より一層の効果が得られる。なお、保護層の厚さは $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ 程度が適当である。

【0054】

導電性支持体と感光層との間には、下引き層を設けてもよい。

下引き層は、一般には樹脂を主成分とするが、この樹脂は、その上層として形成する感光層が溶剤を用いて塗布形成されることを考慮すると、一般の有機溶剤に対して耐溶剤性の高い樹脂であることが望ましい。

このような樹脂としては、例えば、ポリビニルアルコール、カゼイン、ポリアクリル酸ナトリウム等の水溶性樹脂、共重合ナイロン、メトキシメチル化ナイロン等のアルコール可溶性樹脂、ポリウレタン、メラミン樹脂、フェノール樹脂、アルキッド-メラミン樹脂、エポキシ樹脂等、三次元網目構造を形成する硬化型樹脂等が挙げられる。

また、下引き層にはモアレ防止、残留電位の低減等のために酸化チタン、シリカ、アルミナ、酸化ジルコニウム、酸化スズ、酸化インジウム等で例示できる金属酸化物の微粉末顔料を加えてもよい。

【0055】

これらの下引き層は、前述の感光層の如く適当な溶媒及び塗工法を用いて形成することができる。

更に、下引き層として、シランカップリング剤、チタンカップリング剤、クロムカップリング剤等を使用することもできる。

この他、本発明の下引き層には、 Al_2O_3 を陽極酸化にて設けたものや、ポリパラキシリレン(パリレン)等の有機物や SiO_2 、 SnO_2 、 TiO_2 、ITO、 CeO_2 等の無機物を真空薄膜作成法にて設けたものも良好に使用できる。

このほかにも公知のものを用いることができる。

下引き層の膜厚は $0 \sim 5 \mu\text{m}$ が適当である。

【実施例】

【0056】

以下、本発明について具体的な実施例を挙げて説明するが、本発明は以下の例に限定されるものではない。

下引き層、電荷発生層、電荷輸送層を順次浸漬塗工し、塗膜を目視確認した。なお、電荷発生層の塗布工程にてチキソトロピー性の塗布液を用い所定時間本発明装置もしくは従来装置にて循環後に浸漬塗布を行った。

実施例に用いた電荷発生層の塗布液構成を以下に示す。

10

20

30

40

50

【 0 0 5 7 】

1. 下引き層塗布液の形成

以下の材料を分散して下引き層塗布液を調合した。

メラミン樹脂	5 重量部
酸化チタン	2 0 重量部
シクロヘキサノン	3 5 重量部
メチルエチルケトン	3 5 重量部

【 0 0 5 8 】

2. 電荷発生層塗布液の作製

ジスアゾ顔料	1 重量部	10
ポリビニルブチラール	0 . 5 重量部	
シクロヘキサノン	4 0 重量部	
メチルエチルケトン	6 0 重量部	

ボールミル分散後、シクロヘキサノンとメチルエチルケトンを加えて電荷発生層塗布液とした。

【 0 0 5 9 】

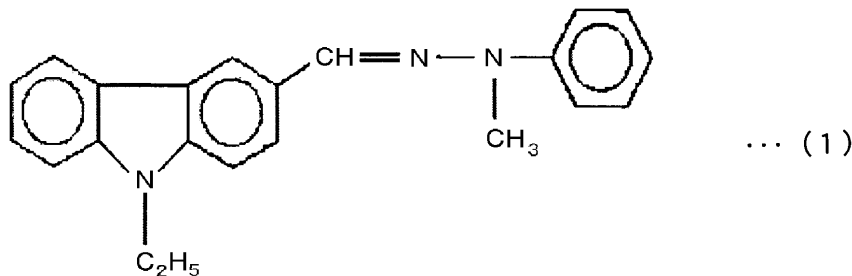
3. 電荷輸送層塗布液の作製

下記式 (1) に示す電荷輸送剤 4 重量部

【 0 0 6 0 】

【 化 1 】

20



30

【 0 0 6 1 】

ポリカーボネート	6 重量部
シクロヘキサノン	4 5 重量部
テトラヒドロフラン	4 5 重量部
シリコンオイル	0 . 0 0 1 重量部

を溶解して電荷輸送層塗布液を調合した。

【 0 0 6 2 】

外径 3 0 mm、長さ 3 4 0 mm のアルミニウム製の円筒状基体に、上で調合した下引き層 (U L) 塗布液を塗布し、1 1 0 で 1 5 分間乾燥して、厚さ 5 μ m の下引き層を形成した。

40

【 0 0 6 3 】

次に、この上に電荷発生層 (C G L)、電荷輸送層 (C T L) を塗布・乾燥し積層感光体試料を作製した。

なお、電荷発生層は、乾燥膜厚 0 . 2 μ m、電荷輸送層は 2 3 μ m になるような条件で行った。

使用されるチキソトロピー性の顔料分散型塗工液は 3 . 5 m P a · s であった。

実施例において直管部における平均流速は、0 . 0 0 8 m / s であった。

【 0 0 6 4 】

< 実施例および比較例の装置条件 >

[実施例 1]

50

2 mm、開効率40%の多孔状の整流板3を2枚、テーパ部6の上下に設置した。
請求項2、3に記載されている発明に関する「個数」については、集合部11の外形が、471mm×246mmであるため、471mm側を3分割、246mm側を2分割し、6個を配置した。

請求項8に記載されている発明に関する「テーパ角度」については、30度程度となるように、高さを200mmとし、内部に十字状の仕切り板10を設置した。

請求項10、11、12、13に記載されている発明に関する「直管部」は、円筒状基体の外形より30mm大きい60mmとし、高さを60mmとする。

循環ポンプには、ケーシング及びインペラがPTFEライニングが施された遠心式マグネットポンプを使用し、直管部における槽内平均流速を0.006m/sとして循環させた。 10

【0065】

〔比較例1〕

図3にその概略構成図を示すように、1枚多孔状整流板21を具備する装置を適用した。

〔比較例2〕

図4にその概略構成図を示すように、球状の整流層22を具備する装置を適用した。

〔比較例3〕

図5にその概略構成図を示すように、フロート方式の装置を適用した。

【0066】

〔実施例2〕

整流板が無いものを適用した。その他の条件は、実施例1と同様とした。

〔実施例3〕

テーパ状流入液拡散部6を1個とした。その他の条件は、実施例1と同様とした。

〔実施例4〕

テーパ状流入液拡散部6の高さを50mmとした。その他の条件は、実施例1と同様とした。

〔実施例5〕

直管部9の内径を40mm、高さを50mmとした。その他の条件は、実施例1と同様とした。 30

【0067】

上記実施例1～5、及び比較例1～3について感光体塗膜の濃淡ムラの有無を評価した。評価結果を下記表1に示す。

○：感光体塗膜に濃淡ムラの発生なし

×：感光体塗膜に濃淡ムラの発生あり

とし、5段階で評価した（数字の大きい方が評価が高い）。

【0068】

【表1】

	評価	1時間循環後	6時間循環後	12時間循環後	1日循環後
実施例1	5	○	○	○	○
比較例1	1	×	×	×	×
比較例2	2	○	×	×	×
比較例3	1	×	—	—	—
実施例2	2	○	×	×	×
実施例3	3	○	○	×	×
実施例4	3	○	○	×	×
実施例5	1	×	—	—	—

40

50

【0069】

実施例1の評価結果から、整流板を2枚設けた方が、一枚のみの整流板を設けただけの比較例1と比べて明らかに評価が良好であった（請求項1、4乃至7の効果）。

比較例3の評価結果から、淀みによる濃淡ムラの発生は確認されなかったが、浸漬、引上げ速度を上げるとフロートと塗工槽内壁との隙間が狭いため、引上げ時に隙間の流速が一部分的に速くなってしまい、縦筋状の濃淡ムラが発生した。

【0070】

実施例3の評価結果から、テーパ状流入拡散部6を単数とした場合には、長時間循環後には塗膜に濃淡ムラが発生したことが分かった。複数個設けた実施例1の評価結果と比較すると、長時間循環後の結果が劣ったものとなった。

このことから、テーパ状流入拡散部6は、少なくとも集合部11の一辺を200mm以下ごと、更には150mm以下ごとに区切って複数個配列させた構成とする方が望ましいことが確かめられた（請求項2、3の発明の効果）。

【0071】

実施例4の評価結果から、テーパ状流入液拡散部6のテーパ角度は、45度以下とすることが好ましいことが確認できた（請求項8の発明の効果）。

【0072】

実施例5の評価結果から、直管部9の内径は、少なくとも感光体基体外形より1.4mm以上大とすること、更には2倍以上とすることが望ましいことが確認された（請求項10、11の効果）。

【0073】

また、実施例5の評価結果から、直管部9の高さは、少なくとも感光体基体外形より以上、更には30mm以上とすることが望ましいことが確認された（請求項12、13の効果）。

【0074】

次に、実施例1において塗工された感光体と、前記比較例1乃至3において塗工された感光体を、株式会社リコー製フルカラーレーザープリンターIPSIO Color 5000の改造機（ $\lambda = 655\text{nm}$ 、1200dpi、ビームスポット $2.7 \times 10^{-3}\text{mm}^2$ に改造）を用いて、画像形成を行い、画像の品質を目視で判定した。

なお、ハーフトーン画像は2×2ドット画像であるものとし、感光体は1時間循環後に塗工を行ったもの、6時間循環後に塗工を行ったもの、及び1日循環後に塗工を行ったものを各5本抽出し、評価サンプルとした。

評価結果を下記表2に示す。

【0075】

【表2】

	1時間循環後	6時間循環後	1日循環後
実施例1	5本ともムラなし	5本ともムラなし	5本ともムラなし
実施例4	5本ともムラなし	2本濃淡ムラあり	5本濃淡ムラあり
比較例1	2本濃淡ムラあり	3本濃淡ムラあり	5本濃淡ムラあり
比較例2	5本ともムラなし	1本濃淡ムラあり	3本濃淡ムラあり
比較例3	5本とも縦筋状濃淡ムラあり	—	—

【0076】

表2の評価結果から明らかなように、本発明の電子写真感光体製造装置を用いて作製した感光体によれば、図3～図5に示した従来構成のいずれの電子写真感光体製造装置を用いて作製した感光体よりも、飛躍的に高画質な画像が得られることが確認できた。

【図面の簡単な説明】

【0077】

10

20

30

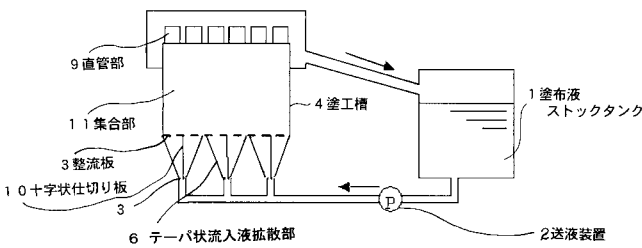
40

50

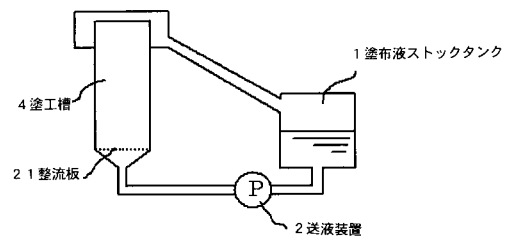
- 【図1】本発明における電子写真感光体製造装置の概略構成図を示す。
- 【図2】整流板の要部の一例の概略平面図を示す。
- 【図3】従来における電子写真感光体製造装置の概略構成図を示す。
- 【図4】従来における電子写真感光体製造装置の他の一例の概略構成図を示す。
- 【図5】従来における電子写真感光体製造装置の他の一例の概略構成図を示す。
- 【符号の説明】

- 【0078】
- 1 塗布液ストックタンク
- 2 送液装置
- 3 整流板
- 4 塗工槽
- 5 フロート
- 6 テーパー状流入液拡散部
- 8 整流層（球状物体）
- 9 直管部
- 10 十字状仕切り板
- 11 集合部
- 21 整流板
- 22 整流層

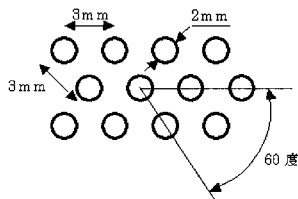
【図1】



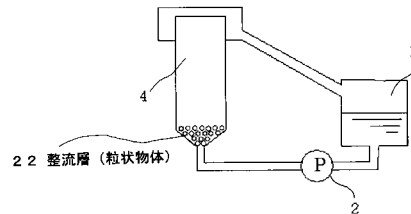
【図3】



【図2】



【図4】



【図5】

