

(19) 日本国特許庁 ( J P )

(12) 特 許 公 報 ( B 2 )

(11) 特許番号

特許第3265342号  
(P3265342)

(45) 発行日 平成14年3月11日 (2002. 3. 11)

(24) 登録日 平成14年1月11日 (2002. 1. 11)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I
G 0 3 G 5/00	1 0 1	G 0 3 G 5/00 1 0 1
5/06	3 1 3	5/06 3 1 3
5/147	5 0 3	5/147 5 0 3

請求項の数 6 (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願平9-151085	(73) 特許権者	000005821 松下電器産業株式会社 大阪府門真市大字門真1006番地
(22) 出願日	平成9年6月9日 (1997. 6. 9)	(72) 発明者	佐藤 徹哉 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内
(65) 公開番号	特開平10-339962	(72) 発明者	村上 嘉信 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内
(43) 公開日	平成10年12月22日 (1998. 12. 22)	(72) 発明者	久田 均 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内
審査請求日	平成12年3月21日 (2000. 3. 21)	(74) 代理人	100086737 弁理士 岡田 和秀
		審査官	菅野 芳男

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 電子写真用感光体、輸送層形成用塗料及び該塗料の製造方法

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】 導電性支持体上に少なくとも電荷発生層と電荷輸送層とをこの順で積層してなる電子写真用感光体であって、  
電荷輸送層は、ヘキサメチレンジシラザンで疎水化された気相合成シリカ微粒子と、ポリジメチルシロキサン骨格を有するオリゴマーで疎水化された気相合成シリカ微粒子とを含有しており、かつ、塗布形成後の表面粗さが中心線平均粗さで0.02 μm以下となるまで気相合成シリカ微粒子が均一に分散せられたものであることを特徴とする電子写真用感光体。

【請求項2】 請求項1に記載した電子写真用感光体であって、  
電荷輸送層は、電荷輸送物質としての4-N, N-ジフェニルアミノ-フェニルスチルベンを含有している

2

ことを特徴とする電子写真用感光体。

【請求項3】 電子写真用感光体の電荷輸送層を形成する際に使用される輸送層形成用塗料であって、この輸送層形成用塗料は、電荷輸送物質及びバインダ樹脂とともに、ヘキサメチレンジシラザンで疎水化された気相合成シリカ微粒子と、ポリジメチルシロキサン骨格を有するオリゴマーで疎水化された気相合成シリカ微粒子とをトルエンでもって溶解したものであることを特徴とする輸送層形成用塗料。

10 【請求項4】 請求項3に記載した輸送層形成用塗料であって、  
電荷輸送物質は、4-N, N-ジフェニルアミノ-フェニルスチルベンであることを特徴とする輸送層形成用塗料。

【請求項5】 電子写真用感光体の電荷輸送層を形成す

る際に使用される輸送層形成用塗料の製造方法であつて、ヘキサメチレンジシラザンで疎水化された気相合成シリカ微粒子と、ポリジメチルシロキサン骨格を有するオリゴマーで疎水化された気相合成シリカ微粒子とをビーズとともに混合してトルエン中に分散させた後、得られた分散液中に電荷輸送物質とバインダ樹脂とを溶解させることを特徴とする輸送層形成用塗料の製造方法。

【請求項 6】 請求項 5 に記載した輸送層形成用塗料の製造方法であつて、

ビーズは、直径が 3 mm 以下で比重が 4 以上であることを特徴とする輸送層形成用塗料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、電子写真用感光体と、その電荷輸送層を形成する際に使用される輸送層形成用塗料と、この輸送層形成用塗料の製造方法とに関する。

【0002】

【従来の技術】電子写真装置は、高速記録性や低騒音性に優れており、かつ、高画質での記録が可能であるとともに、普通紙への記録も可能であるなどの利点を有しているため、複写機としては勿論のこと、プリンタやファクシミリなどとしても大いに普及しつつある。そして、特に、プリンタやファクシミリなどの分野においては、オフィスユースからパーソナルユースへと使用形態が移行しているため、より一層の小型化及び低コスト化、さらには、メンテナンスフリー化などが求められるとともに、より高解像度の高品質画像を得られる画像処理技術の採用が要望されている。また、電子写真装置において使用される感光体としては、成膜が容易であるとともに、安価で無公害などといった長所を有する有機感光体、つまり、有機光導電物質を含有して構成された有機感光体が実用化されており、特に、半導体レーザを露光光源として使用するレーザビームプリンタやファクシミリに適した長波長領域で高い感度を有する有機感光体の発展がめざましい。

【0003】すなわち、実用化されている有機感光体の大半は、電荷発生物質を含有した電荷発生層と電荷輸送物質を含有した電荷輸送層とをこの順で導電性支持体上に積層してなる積層型の電子写真用感光体であり、この種の電子写真用感光体では、図示省略しているが、導電性支持体上に薄膜の電荷発生層を形成し、かつ、この電荷発生層上に比較的厚膜の電荷輸送層を形成したうえで、これら 2 つの層によって感光層を構成することが行われている。なお、この際における電荷発生層はキャリア（電荷）を発生する機能を有したものであり、電荷輸送層はキャリアを輸送する機能及び感光層の帯電電位を保持する機能と、感光層の機械的強度を保つ機能とを有したものである。

【0004】一方、このような静電特性とは別に、感光層の表面側に位置する電荷輸送層に対しては、トナーの離型性に優れており、しかも、トナー中のワックス成分や用紙に含まれる成分が付着することのない優れた表面性と、十分な機械的耐刷性とが要求される。しかしながら、電子写真用感光体は、帯電工程と、像情報による露光工程と、トナーによる現像工程と、転写工程と、クリーニング工程と、除電工程とに供されており、感光層を構成している電荷輸送層のトナー離型性や表面性が十分でない場合には、転写工程で一部のトナーが残ることによって画像の欠けや中抜けが生じたり、トナー中のワックス成分や用紙の含有成分が付着することによってトナーフィルミングといわれる不都合な現象が発生したりすることになる。そして、近年においては、高画質化を実現する必要上、ますます粒径の細かなトナーが使用される傾向にあり、クリーニング工程の効率化を実現するためにもトナー離型性への要望が強まっている。

【0005】さらに、近年、増加しているカラー画像形成装置、いわゆるカラー複写機では複数色のトナーを転写によって重ね合わせる手法が採用されており、現像された画像をそのまま忠実に転写して重ね合わせる必要がある都合上、トナー離型性に優れた電子写真用感光体の実現が強く望まれている。なお、トナーフィルミングなどの不都合な表面付着現象が発生することを防止すべく、電荷輸送層を少しずつ削り取りながら電子写真用感光体を使用し続けることも行われているが、このようなことでは十分な寿命が得られず、また、優れた表面性と十分な機械的耐刷性も得られないことになってしまう。

【0006】ところで、以上のような要望に応えるべく、電荷輸送層におけるトナー離型性や表面性などを向上させるための研究は活発に行われており、例えば、特開平 7 - 2 6 1 4 1 7 号公報には気相合成シリカ微粒子を電荷輸送層に含有させることにより、また、特開平 8 - 1 5 8 7 7 号公報にはフッ素樹脂微粒子やシリコン樹脂微粒子を電荷輸送層に含有させることによって優れたトナー離型性や表面性を得たうえで高画質化を実現する技術が開示されている。すなわち、多様な物質中から目的に適合した特性を発現させやすい物質を選択したうえで添加する技術は実用的であり、ジメチルジクロルシランやヘキサメチレンジシラザンで疎水化された気相合成シリカ微粒子、あるいは、ポリジメチルシロキサン骨格を有するオリゴマーで疎水化された気相合成シリカ微粒子を電荷輸送層に含有させた際には、トナー離型性や表面性の向上、また、機械的耐刷性の向上を図るうえで大きな効果が認められる。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】ところが、電荷輸送層に対して気相合成シリカ微粒子を添加した際には、帯電性や感度が低下することになり、また、特に、帯電及び露光を繰り返して実行した場合の帯電性や感度、ある

いは、残留電位などのような静電特性の安定性が大きく損なわれることになるため、実際上の電子写真用感光体としては安定した使用を行うことが困難となってしまう。また、トナー離型性や表面性、機械的耐刷性のある程度の向上は実現できるが、これら特性のより一層の向上を要望されているのが現状である。

【0008】そこで、本発明の発明者らが、種々の気相合成シリカ微粒子を種々の条件下で電荷輸送層中に含有させたうえ、その静電特性に与える影響を検討してみたところ、静電特性に対して悪影響をもたらす原因が気相合成シリカ微粒子そのものにあるのではなく、過剰に凝集した気相合成シリカ微粒子の凝集物が電荷輸送層中に存在するためであるという事実が見いだされた。すなわち、気相合成シリカ微粒子の一次粒子径は一般的に数nmから数十nmであり、ある程度の凝集物が自然発生することは避けられないのであるが、特定の材料系においては、凝集物の発生割合を特定の割合以下にまで抑制することで優れた静電特性を安定的に維持できることが明らかとなった。

【0009】また、種々の気相合成シリカ微粒子を種々の条件下において電荷輸送層中に含有せしめたうえでトナー離型性や表面性、機械的耐刷性に表れる影響を鋭意検討してみたところによれば、それぞれ特定の物質を用いて疎水化された気相合成シリカ微粒子同士を互いに組み合わせたうえで電荷輸送層中に含有せしめた場合には、顕著な改善効果が認められるという知見が得られた。

【0010】本発明は、これらの事実と知見とに基づいて創案されたものであり、静電特性を安定的に維持することができるとともに、トナー離型性や表面性、機械的耐刷性のさらなる向上を実現することが可能な電子写真用感光体、輸送層形成用塗料及び該塗料の製造方法を提供するものである。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明の請求項1に係る電子写真用感光体は、導電性支持体上に少なくとも電荷発生層と電荷輸送層とをこの順で積層してなるものであって、電荷輸送層は、ヘキサメチレンジシラザンで疎水化された気相合成シリカ微粒子と、ポリジメチルシロキサン骨格を有するオリゴマーで疎水化された気相合成シリカ微粒子とを含有しており、かつ、塗布形成後の表面粗さが中心線平均粗さで0.02µm以下となるまで気相合成シリカ微粒子が均一に分散させられたものであることを特徴としている。本発明の請求項2に係る電子写真用感光体を構成する電荷輸送層は、電荷輸送物質としての4-N,N-ジフェニルアミノ-フェニルスチルベンを含有したものであることを特徴とする。

【0012】本発明の請求項3に係る輸送層形成用塗料は電子写真用感光体の電荷輸送層を形成する際に使用されるものであり、電荷輸送物質及びバインダ樹脂ととも

に、ヘキサメチレンジシラザンで疎水化された気相合成シリカ微粒子と、ポリジメチルシロキサン骨格を有するオリゴマーで疎水化された気相合成シリカ微粒子とをトルエンでもって溶解したものであることを特徴とする。本発明の請求項4に係る輸送層形成用塗料の電荷輸送物質は、4-N,N-ジフェニルアミノ-フェニルスチルベンであることになっている。

【0013】本発明の請求項5に係る輸送層形成用塗料の製造方法は、電子写真用感光体の電荷輸送層を形成する際に使用される輸送層形成用塗料の製造方法であり、ヘキサメチレンジシラザンで疎水化された気相合成シリカ微粒子と、ポリジメチルシロキサン骨格を有するオリゴマーで疎水化された気相合成シリカ微粒子とをビーズとともに混合してトルエン中に分散させた後、得られた分散液中に電荷輸送物質とバインダ樹脂とを溶解させることを特徴とする。本発明の請求項6に係る輸送層形成用塗料の製造方法は、気相合成シリカ微粒子とともに混合されるビーズの直径が3mm以下であり、かつ、比重が4以上であることを特徴としている。

【0014】

【発明の実施の形態】以下、図示省略しているが、本発明の実施の形態に係る電子写真用感光体、輸送層形成用塗料及び該塗料の製造方法を説明する。

【0015】本実施の形態に係る電子写真用感光体は、導電性支持体上に薄膜の電荷発生層が形成され、かつ、この電荷発生層上には比較的厚膜の電荷輸送層が形成されたものであり、これらの電荷発生層及び電荷輸送層によっては感光層が構成されている。なお、必要がある際には、中間層や接着層、ブロッキング層などを電荷発生層及び電荷輸送層の間、もしくは、電荷発生層と導電性支持体との間に設けておくことが行われる。そして、この電子写真用感光体が備える導電性支持体は、それ自体が公知の導電性材料を用いて作製された基体、例えば、アルミニウムなどのような金属材料や導電性プラスチック(フェノール樹脂などのような絶縁性樹脂にカーボンなどの導電性粒子を分散させたもの)からなる基体、あるいは、ヨウ化アルミニウムやヨウ化銅、酸化クロムまたは酸化スズなどの導電性物質で被覆されたガラスなどからなる基体を具備したものであり、この基体はドラム状(パイプ状)や板状、ベルト状などのような形状、つまり、特に限定されない形状を有している。

【0016】また、この際における電荷発生層は従来から周知の電荷発生物質を含有したうえで導電性支持体上に積層して形成された薄膜であり、例えば、真空中で導電性支持体上に蒸着されたオキシチタニウムフタロシアニンを有機溶剤でもって処理したものや、予め光電変換能に優れた結晶型として調整された顔料をバインダ樹脂に分散したのとなっている。なお、電荷発生物質の種類や状態によっても異なるが、電荷発生層の膜厚は10nmから1000nmの範囲、好ましくは、50nmな

いし 150 nm 程度とされている。

【0017】さらに、電荷発生層上に積層して形成された電荷輸送層は、ヘキサメチレンジシラザンで疎水化された気相合成シリカ微粒子と、ポリジメチルシロキサン骨格を有するオリゴマーで疎水化された気相合成シリカ微粒子とを含有し、かつ、塗布形成後の表面粗さが中心線平均粗さで 0.02 μm 以下とされたものであり、この電荷輸送層の膜厚は数 μm から数十 μm の範囲内、好ましくは、15 μm ないし 30 μm 程度とされている。なお、表面粗さが中心線平均粗さで 0.02 μm 以下と

いうのは、上記 2 種類の気相合成シリカ微粒子が電荷輸送層内で十分かつ均一に分散している程度を表しており、本実施の形態に係る電子写真用感光体が備える電荷輸送層にあっては、その表面粗さが中心線平均粗さで 0.02 μm 以下となるまで上記 2 種類の気相合成シリカ微粒子が十分かつ均一に分散させられていることを意味している。

【0018】さらにまた、電荷輸送層は電荷輸送物質であるところの 4-N, N-ジフェニルアミノ-フェニル Stilben をも含有して形成されたものであり、この電荷輸送層は浸漬塗工法やリング塗工法、ブレード塗工法、スプレー塗工法などのような周知の塗工方法を採用して電荷発生層上に塗布された輸送層形成用塗料を乾燥させたものとなっている。すなわち、この輸送層形成用塗料は、電荷輸送物質及びバインダ樹脂とともに、ヘキサメチレンジシラザンで疎水化された気相合成シリカ微粒子と、ポリジメチルシロキサン骨格を有するオリゴマーで疎水化された気相合成シリカ微粒子とを塗料化溶剤であるトルエンでもって溶解したものであり、電荷輸送物質としては 4-N, N-ジフェニルアミノ-フェニル Stilben が用いられている。

【0019】なお、この際の輸送層形成用塗料にあっては、ヘキサメチレンジシラザンで疎水化された気相合成シリカ微粒子の添加割合が塗料中の全固形分に対する重量比で 0.1% から 30% の範囲内、好ましくは、0.5% ないし 10% 程度とされており、ポリジメチルシロキサン骨格を有するオリゴマーで疎水化された気相合成シリカ微粒子の添加割合が塗料中の全固形分に対する重量比で 0.1% から 30% の範囲内、好ましくは、0.5% ないし 10% 程度とされている。また、塗料化溶剤がトルエンのみに限定されることはなく、粘度や乾燥速度の調整という目的を達成するため、他の溶剤を混合しておいてもよいことは勿論である。さらに、塗料化溶剤は塗料の全固形分濃度が重量比で 5% ないし 70% となるようにして用いられるが、この際には、バインダ樹脂や塗工方法に応じて適当な粘度が得られるよう調整することが行われている。

【0020】ところで、電荷輸送物質としては種々のものが使用可能であり、オキサゾールやオキサジアゾール、ピラゾリンなどの複素環化合物、また、ヒドラゾン

化合物やブタジエン化合物、スチルベン化合物、あるいは、これら化合物の各種誘導体などを使用可能な例として挙げることができる。しかしながら、4-N, N-ジフェニルアミノ-フェニル Stilben を電荷輸送物質として用いた際には、他のものより優れた静電特性と機械的耐刷性を確保し得ることになる。さらに、この場合におけるバインダ樹脂としては、ポリエステルやポリカーボネート、ポリスルホン、ポリメチルメタクリレートなどを挙げることができ、電荷輸送物質とバインダ樹脂との配合割合は重量比で 1 対 2 から 2 対 1 の範囲とされている。なお、これらの配合割合が小さすぎると静電特性が悪化し、大きすぎると機械的耐刷性が低下するという不都合が生じる。

【0021】つぎに、電子写真用感光体の電荷輸送層を形成する際に使用される輸送層形成用塗料の製造方法を説明する。まず、本実施の形態に係る輸送層形成用塗料は、電荷輸送物質である 4-N, N-ジフェニルアミノ-フェニル Stilben 及びバインダ樹脂とともに、ヘキサメチレンジシラザンで疎水化された気相合成シリカ微粒子と、ポリジメチルシロキサン骨格を有するオリゴマーで疎水化された気相合成シリカ微粒子とを塗料化溶剤であるトルエンでもって溶解したものであり、このような輸送層形成用塗料を製造する際には、ヘキサメチレンジシラザンで疎水化された気相合成シリカ微粒子と、ポリジメチルシロキサン骨格を有するオリゴマーで疎水化された気相合成シリカ微粒子とをトルエン中で分散させることを実行した後、得られた分散液中に電荷輸送物質とバインダ樹脂とを溶解させることが行われている。そして、上記 2 種類の気相合成シリカ微粒子を分散するための具体的な方法としては、これらの気相合成シリカ微粒子とトルエンとを予め用意した所定の容器内に入れておいた後、ジルコニアなどからなるビーズ(メディア)の所定量を容器内に投入したうえで振ったり回したりする方法、いわゆるシェイキング法が採用されており、気相合成シリカ微粒子を十分かつ均一に分散させておいた場合には、気相合成シリカ微粒子が凝集しにくい状態を作り出すことが可能となる。

【0022】ところで、気相合成シリカ微粒子が凝集しにくい状態を作り出すためには、気相合成シリカ微粒子を分散する作業の実施に際し、外形が小さくて重量の重いビーズを用いることが重要であり、本発明の発明者らが検討したところによれば、直径が 8 mm 以下で比重が 2 以上のビーズ、最も好ましくは、直径 3 mm 以下で比重が 4 以上であるビーズの使用が望ましいことが確認されている。すなわち、この際における輸送層形成用塗料の製造方法は、ヘキサメチレンジシラザンで疎水化された気相合成シリカ微粒子と、ポリジメチルシロキサン骨格を有するオリゴマーで疎水化された気相合成シリカ微粒子とを、直径が 3 mm 以下で比重が 4 以上のビーズとともに混合してトルエン中に分散させた後、得られた分

散液中に電荷輸送物質とバインダ樹脂とを溶解させる方法であることになる。なお、気相合成シリカ微粒子を分散させるための方法が通常採用されるシェイキング法に限られることはなく、気相合成シリカ微粒子及びトルエンをある程度固まって配置されたビーズ中に流しこみながら分散させる連続処理法などのような他の方法を採用してもよいことは勿論である。

【 0 0 2 3 】

【実施例】以下、本実施の形態における具体的な実施例及び比較例を説明する。

【 0 0 2 4 】(実施例 1)まず、外径が 3 0 mm で長さが 3 0 1 . 5 mm、かつ、表面粗さが 1 s である円筒形のアルミニウム切削管(神戸製鋼株式会社製 A 4 0 S)を導電性支持体として用意した後、このアルミニウム切削管をアセトン中に浸漬したうえでの超音波洗浄を実行した。そして、超音波洗浄が実行されたアルミニウム切削管である導電性支持体を真空槽内に載置し、かつ、この真空槽内をメカニカルブースターポンプ及びロータリーポンプを用いた真空排気処理によって 1 P a 程度まで排気した後、酸素流量を 2 0 0 s c c m とし、圧力を 5 0 P a としておいたうえ、導電性支持体と中心間距離が 5 0 mm の平行位置に対向して配置された直径 8 mm のアルミニウム製グロー放電電極に対して 5 0 0 k H z の高周波電源から 5 0 W の電力を 1 0 分間投入し、導電性支持体の表面近傍において酸素のグロー放電プラズマを形成することによってアルミニウム酸化膜の形成処理を行った。なお、このようにして得られたアルミニウム酸化膜層の膜厚はおよそ 4 n m であった。

【 0 0 2 5 】つぎに、コールドトラップ付きのディフュージョンポンプを用いて真空槽内を  $5 \times 10^{-3}$  P a 程度まで真空排気処理し、かつ、予めモリブデン製の蒸着ポート上に載置しておいたオキソチタニウムフタロシアニンを蒸着ポートへの通電によって加熱しながら蒸発させたうえ、膜厚が 0 . 1  $\mu$  m 程度となるオキソチタニウムフタロシアニン蒸着膜を導電性支持体の表面上に形成した。さらに、このようにして形成されたオキソチタニウムフタロシアニン蒸着膜をクロロベンゼン及び水からなる混合飽和蒸気中に室温で 3 0 分間放置し、結晶変換を行わせることによって電荷発生層を得た。

【 0 0 2 6 】一方、ヘキサメチレンジシラザンで疎水化された気相合成シリカ微粒子(キャボット株式会社製、商品名キョボシル T S 5 3 0)の 1 重量部と、ポリジメチルシロキサン骨格を有するオリゴマーで疎水化された気相合成シリカ微粒子(キャボット株式会社製、商品名キョボシル T S 7 2 0)の 1 重量部と、直径が 1 mm で比重が 4 であるジルコニアビーズの 1 5 0 0 重量部とを用意し、かつ、これらをトルエンの 2 7 0 重量部とともに予め用意しておいた所定の容器内に入れて混合した後、ペイントコンディショナー(アイメックス株式会社

製、商品名レッドデビル)を用いたうえで容器ごと連続 1 0 時間振り続けることを実行した。引き続き、振り続けることによって作製された分散溶液からジルコニアビーズを除去すると、ヘキサメチレンジシラザンで疎水化された気相合成シリカ微粒子と、ポリジメチルシロキサン骨格を有するオリゴマーで疎水化された気相合成シリカ微粒子とをトルエンでもって溶解してなるトルエン分散液が得られたことになる。

【 0 0 2 7 】さらに、得られたトルエン分散液の 5 4 重量部に対し、4 - N , N - ジフェニルアミノ - - フェニル Stilben (新日鉄化学株式会社製)の 1 0 重量部と、ポリカーボネート樹脂(三菱瓦斯化学工業株式会社製、商品名ユーピロン Z - 3 0 0)の 1 0 重量部とを溶解させることによって輸送層形成用塗料を作製した後、得られた輸送層形成用塗料を予め形成済みの電荷発生層上に浸漬塗工したうえ、1 0 5 の温度下で 3 5 分間にわたる熱風乾燥処理を実行することによって乾燥後の膜厚が 2 0  $\mu$  m となる電荷輸送層を形成することによって感光層を構成し、電子写真用感光体を完成させた。その後、完成した電子写真用感光体が有する初期の静電特性及び 1 0 0 0 回使用後の静電特性、つまり、帯電電位、暗保持率、感度、残留電位を感光体ドラム静電特性評価装置(ジェンテック株式会社製、商品名 C Y N T H I A 5 5 . S N)によってそれぞれ評価したところ、表 1 で示すような結果が得られた。

【 0 0 2 8 】すなわち、この評価試験に際しては、コロナ電流が - 3 0  $\mu$  A になるように設定した直流コロナ放電によって電子写真用感光体を暗所で負帯電させたときの帯電電位を V 0 (V)、2 秒間の暗保持率を D D R 2 (%)、最大ピーク波長が 8 0 0 n m となる単色光を 0 . 9  $\mu$  W / c m<sup>2</sup> の強度でもって連続照射したときの表面電位を半分まで減衰させるのに要するエネルギーを E 1 / 2 ( $\mu$  J / c m<sup>2</sup>)、照射エネルギーが 3  $\mu$  J / c m<sup>2</sup> に達したときの残留表面電位を V R (V)とし、除電光としては 6 0 0 n m の L E D を用いており、そのエネルギーは 2 0  $\mu$  J / c m<sup>2</sup> であるとしている。また、電荷輸送層の表面粗さを評価するための中心線平均粗さ R a ( $\mu$  m)と、表面性を評価するための鋼球に対する動摩擦係数  $\mu$  及び純水接触角 (d e g .)と、機械的耐性を評価するための摩耗量、つまり、市販のプリンタに搭載して 1 0 0 K 枚プリント後に膜厚計でもって測定された摩耗量 ( $\mu$  m)を評価してみたところ、表 1 に付記して示すような結果が得られた。さらにまた、通常の帯電工程から除電工程までに至る画像形成装置に対して電子写真用感光体を搭載したうえ、転写工程における画像の欠けや中抜け、あるいは、カブリなどが生じるか否かを評価したところ、表 1 で示すような結果が得られている。

【 0 0 2 9 】

【表 1】

11

12

		実施例 1	実施例 2	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4
初期の 静電特性	VO(V)	-570	-560	-570	-570	-520	-570
	DDR2(%)	96.0	95.5	96.0	96.0	95.0	96.0
	E1/2( $\mu$ J/cm <sup>2</sup> )	0.25	0.30	0.25	0.25	0.30	0.25
	VR(V)	-20	-15	-20	-20	-30	-20
中心線平均粗さ Ra( $\mu$ m)		0.01	0.01	0.01	0.01	0.06	0.005
鋼球摩擦係数 $\mu$		0.1	0.1	0.4	0.2	0.1	0.6
疎水接触角 $\theta$ (deg.)		120	120	100	85	120	80
100K 枚プリント後の塵屑量( $\mu$ m)		0.2	0.5	1	1	0.2	5
画像の欠け、中抜け、カブリ等		全く無し	全く無し	僅かに有り	僅かに有り	全く無し	かなり目立つ
1000回 後の 静電特性	VO(V)	-570	-560	-570	-570	-350	-570
	DDR2(%)	96.0	95.5	96.0	96.0	92.0	96.0
	E1/2( $\mu$ J/cm <sup>2</sup> )	0.25	0.30	0.25	0.25	0.50	0.25
	VR(V)	-20	-15	-20	-20	-100	-20

【0030】(実施例2)実施例2では、実施例1における4-N,N-ジフェニルアミノ-フェニルスチルベンの10重量部に代えて1,1-ビス(p-ジエチルアミノフェニル)-4,4-ジフェニル-1,3-ブタジエン(株式会社アナン製T-405)の10重量部を用いることが行われている。そして、実施例1と同じ手順に従って輸送層形成用塗料を作製し、かつ、作製された輸送層形成用塗料を使用することによって電子写真用感光体を完成させたうえで実施例1同様の評価試験を行ってみたところ、表1で示すような結果が得られた。

【0031】(比較例1)実施例1では、ヘキサメチレンジシラザンで疎水化された気相合成シリカ微粒子(キャボット株式会社製、商品名キョボシルTS530)の1重量部と、ポリジメチルシロキサン骨格を有するオリゴマーで疎水化された気相合成シリカ微粒子(キャボット株式会社製、商品名キョボシルTS720)の1重量部とを使用することによって輸送層形成用塗料を作製していたのに対し、比較例1においては、ヘキサメチレンジシラザンで疎水化された気相合成シリカ微粒子(キャボット株式会社製、商品名キョボシルTS530)の1重量部のみを使用している。そして、実施例1と同じ手順でもって電子写真用感光体を完成させ、かつ、同様の評価試験を行ってみたところ、表1で示すような結果が得られている。

【0032】(比較例2)比較例2においては、ポリジメチルシロキサン骨格を有するオリゴマーで疎水化された気相合成シリカ微粒子(キャボット株式会社製、商品名キョボシルTS720)の1重量部のみを、実施例1における2種類の気相合成シリカ微粒子に代えて用いることが実行されている。そして、電子写真用感光体を完成させたうえでの評価試験を実行してみたところ、表1で示すような結果が得られた。

【0033】(比較例3)実施例1においては直径が1 $\mu$ m

mのジルコニアビーズを使用したうえで気相合成シリカ微粒子を混合することを行っていたのに対し、比較例3では直径6mmのガラスビーズを用いながら他の諸条件については同一としたうえで気相合成シリカ微粒子を混合することを実行している。そして、実施例1と同じ手順でもって輸送層形成用塗料を作製し、かつ、作製された輸送層形成用塗料を使用したうえで電子写真用感光体を完成させた後、同様の評価試験を行ってみたところ、表1で示すような結果が得られた。

【0034】(比較例4)上記した実施例及び比較例のそれぞれにおける輸送層形成用塗料は気相合成シリカ微粒子を含有したものであったが、比較例4における輸送層形成用塗料は気相合成シリカ微粒子を含有していないものとされている。そして、実施例1と同様の手順に従って電子写真用感光体を完成させた後、同様の評価試験を実行してみたところ、表1で示すような結果が得られている。

【0035】表1で示した評価試験の結果によれば、実施例に係る電荷輸送層は比較例と比べ、優れた静電特性とともに優れた表面性及び機械的耐刷性を有していることが明らかとなっている。すなわち、実施例に係る電荷輸送層における初期の静電特性は帯電性に優れており、十分に高い暗保持率と感度とを示しているとともに、十分に低い残留電位が得られるものとなっている。また、画像としてもカブリやノイズが生じていないことになっており、転写工程での欠けや中抜けも全く無い良好な品質の画像が得られている。また、帯電から除電にまで至る工程を連続的に繰り返した後においても、優れた帯電性と高い暗保持率及び感度並びに十分に低い残留電位が確保されており、繰り返し安定性にも優れた電荷輸送層を備えてなる電子写真用感光体となっていることが分かる。

【0036】さらに、電荷輸送物質として4-N,N-

ジフェニルアミノ - フェニルスチルベンを用いた際には高い機械的耐刷性が得られることも明らかであり、ヘキサメチレンジシラザンで疎水化された気相合成シリカ微粒子と、ポリジメチルシロキサン骨格を有するオリゴマーで疎水化された気相合成シリカ微粒子との両方を同時に分散することを行った場合には、より優れた表面性と高い機械的耐刷性が得られることも確認されている。さらにまた、2種類の気相合成シリカ微粒子が十分かつ均一に分散させられており、電荷輸送層の表面粗さが中心線平均粗さで0.02 μm以下となっている場合には、帯電から除電の工程を繰り返した後であっても、優れた帯電性と十分に高い暗保持率及び感度とが確保され、十分に低い残留電位が得られることが明らかとなっている。

\*

\*【0037】

【発明の効果】以上の説明から明らかなように、本発明に係る電子写真用感光体、輸送層形成用塗料及び該塗料の製造方法によれば、静電特性を安定的に維持することができるとともに、トナー離型性や表面性、機械的耐刷性のさらなる向上を実現することができるという効果が得られる。従って、帯電性、暗保持率、感度、残留電位などの静電特性に優れているばかりか、繰り返し使用による特性変化がほとんど生じず、トナー離型性や表面性に優れており、しかも、画像の欠けや中抜け、あるいは、カブリなどがなく、極めて高画質な画像を安定的に得ることが可能な電子写真用感光体を提供し得ることとなる。

10

フロントページの続き

(72)発明者 尾登 つむぎ  
大阪府門真市大字門真1006番地 松下電  
器産業株式会社内

(56)参考文献 特開 昭60 - 57346 ( J P , A )  
特開 平 7 - 261417 ( J P , A )  
特開 平 8 - 248663 ( J P , A )  
特開 平 8 - 328272 ( J P , A )  
特開 平 8 - 262756 ( J P , A )  
特開 昭61 - 163345 ( J P , A )  
特開 平 4 - 170570 ( J P , A )  
特開 平 4 - 77748 ( J P , A )  
特開 平 7 - 13357 ( J P , A )  
特開 平 4 - 281461 ( J P , A )  
特開 平 1 - 261648 ( J P , A )  
特開 平 8 - 272111 ( J P , A )  
特開 平 7 - 13356 ( J P , A )  
特開 平 4 - 346357 ( J P , A )

(58)調査した分野(Int.Cl.<sup>7</sup>, D B 名)

G03G 5/00