

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4943104号
(P4943104)

(45) 発行日 平成24年5月30日(2012.5.30)

(24) 登録日 平成24年3月9日(2012.3.9)

(51) Int.Cl. F I
G03G 5/06 (2006.01)
 G03G 5/06 372
 G03G 5/06 313
 G03G 5/06 314A

請求項の数 5 (全 33 頁)

(21) 出願番号	特願2006-257851 (P2006-257851)	(73) 特許権者	000006150 京セラミタ株式会社
(22) 出願日	平成18年9月22日(2006.9.22)		大阪府大阪市中央区玉造1丁目2番28号
(65) 公開番号	特開2007-293248 (P2007-293248A)	(72) 発明者	白井 裕子
(43) 公開日	平成19年11月8日(2007.11.8)		大阪府大阪市中央区玉造1丁目2番28号
審査請求日	平成21年8月25日(2009.8.25)		京セラミタ株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願2006-86455 (P2006-86455)	(72) 発明者	浜崎 一也
(32) 優先日	平成18年3月27日(2006.3.27)		大阪府大阪市中央区玉造1丁目2番28号
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		京セラミタ株式会社内
		(72) 発明者	窪嶋 大輔
			大阪府大阪市中央区玉造1丁目2番28号
			京セラミタ株式会社内
		(72) 発明者	大坪 淳一郎
			大阪府大阪市中央区玉造1丁目2番28号
			京セラミタ株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 電子写真感光体及び画像形成装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

導電性基体と、前記導電性基体の表面に、直接にまたは中間層を介して形成された感光層とを備える電子写真感光体であって、

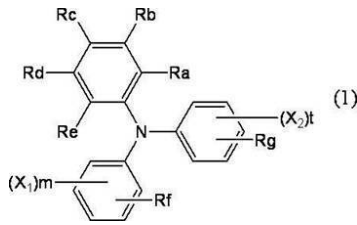
前記感光層が、少なくとも結着樹脂と電荷発生材料と正孔輸送材料を含有するとともに、前記電荷発生材料が、CuK特性X線回折スペクトルにおいて、ブラッグ角 $2\theta \pm 0.2^\circ = 27.2^\circ$ にピークを有するとともに、示差走査熱量分析において、吸着水の気化に伴うピーク以外に $270 \sim 400$ の範囲内に、1つのピークを有し、かつ下記工程(a)～(b)を含む工程によって得られてなるチタニルフタロシアニン結晶を用い、

(a) o-フタロニトリルまたはその誘導体、もしくは、1,3-ジイミノイソインドリンまたはその誘導体1モルに対して、チタンアルコキシドまたは四塩化チタンを $0.40 \sim 0.53$ モルの範囲内の値で添加し、かつ、前記o-フタロニトリルまたはその誘導体もしくは、1,3-ジイミノイソインドリンまたはその誘導体1モルに対して尿素化合物を $0.1 \sim 0.95$ モルの範囲内の値で添加して反応させて製造する工程

(b) (a) 工程において製造したチタニルフタロシアニン化合物に対して、酸処理を実施し、チタニルフタロシアニン結晶を製造する工程

前記正孔輸送剤が下記一般式(1)で表されることを特徴とする、電子写真感光体。

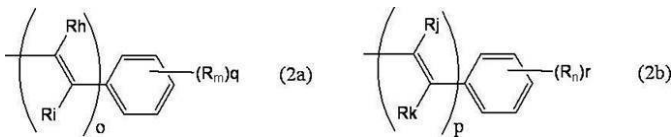
【化 1】



[式中、R a ~ R g は、同一又は異なって、水素原子、ハロゲン原子、炭素数 1 ~ 2 0 のアルキル基、炭素数 1 ~ 2 0 アルコキシ基、置換基を有していてもよい炭素数 6 ~ 3 0 のアリール基、または R a ~ R e のうち、隣接する二つの置換基同士が炭化水素環構造を形成してもよく、X₁は下記式(2 a)で表される基を示し、X₂は下記式(2 b)で表される基を示し、m および t は同一又は異なって 1 ~ 3 の整数である。]

10

【化 2】



20

[式(2 a)、(2 b)中、R h、R i、R j 及び R k は、同一又は異なって、水素原子、炭素数 1 ~ 2 0 のアルキル基、置換基を有していてもよい炭素数 6 ~ 3 0 のアリール基を示し、R m 及び R n は、ハロゲン原子、炭素数 1 ~ 2 0 のアルキル基、炭素数 1 ~ 2 0 のアルコキシ基、置換基を有していてもよい炭素数 6 ~ 3 0 のアリール基を示し、q 及び r は同一または異なって 0 ~ 5 の整数を示す。ただし、q が 2 以上の時、R m は異なる基であっても良く、r が 2 以上の時、R n は異なる基であっても良い。o 及び p は同一または異なって 1 または 2 の整数であるが、同時に 1 の場合は除く。]

【請求項 2】

前記チタニルフタロシアニン結晶が前記 C u K 特性 X 線回折スペクトルにおいて、ブラッグ角 $2 \pm 0.2^\circ = 26.2^\circ$ にピークを有さないことを特徴とする請求項 1 に記載の電子写真感光体。

30

【請求項 3】

前記チタニルフタロシアニン結晶をテトラヒドロフラン中に 7 日間浸漬した後に回収したチタニルフタロシアニン結晶が、C u K 特性 X 線回折スペクトルにおいて、少なくともブラッグ角 $2 \pm 0.2^\circ = 27.2^\circ$ に最大ピークを有するとともに、 26.2° にピークを有さないことを特徴とする請求項 1 乃至 2 に記載の電子写真感光体。

【請求項 4】

請求項 1 ~ 3 記載の電子写真感光体を有し、前記電子写真感光体の周囲に少なくとも帯電手段、露光手段、現像手段、及び転写手段が順次配置されたことを特徴とする画像形成装置。

40

【請求項 5】

前記電子写真感光体におけるプロセススピードを $100 \sim 250 \text{ mm/sec}$ の範囲内の値とすることを特徴とする請求項 4 に記載の画像形成装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、画像形成装置及び画像形成方法に関し、特に感光層における分散性に優れた電荷発生剤を含有する電子写真感光体を搭載することによって、良質な画像を効率よく形成することができる画像形成装置及びそれを用いた画像形成方法に関する。

50

【 0 0 0 2 】

従来、画像形成装置に用いられる感光体としては、光照射によって電荷を発生する電荷発生剤、発生した電荷を輸送する電荷輸送剤、及びこれらの物質が分散される層を構成する結着樹脂等からなる有機感光体が広く使用されている。

【 0 0 0 3 】

また、上述した有機感光体において使用される電荷発生剤としては、半導体レーザーや赤外線LED等から照射される赤外ないし近赤外の波長の光に感応するフタロシアニン系顔料が広く使用されている。

【 0 0 0 4 】

また、かかるフタロシアニン系顔料には、その化学構造によって、無金属フタロシアニン化合物、銅フタロシアニン化合物、チタニルフタロシアニン化合物等が存在するとともに、それぞれのフタロシアニン化合物が、その製造条件の違いによって種々の結晶型をとり得ることが知られている。

【 0 0 0 5 】

このように結晶型が異なる多数種のフタロシアニン化合物結晶が存在する中で、電荷発生剤として、Y型結晶構造を有するチタニルフタロシアニンを含有した感光体を製造した場合、他の結晶型のチタニルフタロシアニンを使用した場合と比較して、感光体における電気特性が向上することが知られている。

【 0 0 0 6 】

例えば、X線回折スペクトルにおいてCu-K線に対するブラッグ角($2\theta = 27.3^\circ$)にピークを有するチタニルフタロシアニンであって、フタロシアニン環を形成し得る有機化合物と、チタン化合物と、を尿素又はアンモニアを添加したジアルキルアミノアルコール中で、130、4時間程度の条件で反応させてなるY型結晶の製造方法が開示されている(例えば、特許文献1)。

【 0 0 0 7 】

また、o-フタロニトリルと、チタンテトラブトキシドとを、尿素化合物を用いずに直接的に反応させて、215、2時間程度の条件で反応させてなるY型結晶のチタニルフタロシアニン化合物の製造方法が開示されている(例えば、特許文献2及び3)。

【 0 0 0 8 】

より具体的には、CuK特性X線回折スペクトルにおけるピークを所定の範囲に有し、示差走査熱量分析において50~400の範囲内における温度変化のピークを有しないチタニルフタロシアニン結晶の製造方法が開示されている。

【特許文献1】特開平8-176456(実施例)

【特許文献2】特許第3463032(特許請求の範囲)

【特許文献3】特開2004-145284(特許請求の範囲) しかしながら、特許文献1の場合、製造されたY型結晶構造を有するチタニルフタロシアニン結晶が、感光層用塗布液中で、型もしくは型結晶に結晶転移を起こしやすいという問題が見られた。そのため、感光層用塗布液の貯蔵安定性が乏しくなり、結果として、良好な電気特性を有する感光層を安定して形成することができないという問題が見られた。

【 0 0 0 9 】

一方、特許文献2や特許文献3に記載のチタニルフタロシアニン結晶を用いた場合、感光層用塗布液中でのY型結晶から、感度特性に劣る型結晶への結晶転移については抑制できるものの、感光層における分散性が不十分であった。その結果、電荷発生剤から発生した電荷が効率的に移動できず感度が未だ不十分であるという問題があった。

【 0 0 1 0 】

さらに、特許文献1~3記載の電子写真感光体を搭載する画像形成装置が高速化した場合に、未だ感度が不十分であるという問題があった。

【 0 0 1 1 】

そこで、本発明者らは、上述した問題に鑑み鋭意検討したところ、画像形成装置に対して、所定の熱特性、及び光学特性を有するチタニルフタロシアニン結晶を電荷発生剤として

10

20

30

40

50

用いると共に、特定の正孔輸送剤を含む感光層を備えた感光体を搭載することによって、良好な画像が得られることを見出した。

【 0 0 1 2 】

すなわち、本発明の目的は、感光層における分散性に優れた電荷発生剤と移動度の大きな正孔輸送剤を含む電子写真感光体を搭載することにより、高感度な電子写真感光体を提供し、さらに、良好な画像を得ることができる画像形成装置を提供することにある。

【 発明の開示 】

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 1 3 】

本発明によれば、導電性基体と、前記導電性基体の表面に、直接にまたは中間層を介して形成された感光層とを備える電子写真感光体であって、前記感光層が、少なくとも結着樹脂と電荷発生材料と正孔輸送材料を含有するとともに、前記電荷発生材料が、CuK特性X線回折スペクトルにおいて、ブラッグ角 $2\theta \pm 0.2^\circ = 27.2^\circ$ にピークを有するとともに、示差走査熱量分析において、吸着水の気化に伴うピーク以外に $270 \sim 400$ の範囲内に、1つのピークを有するチタニルフタロシアニン結晶を少なくとも含有し、下記工程 (a) ~ (b) を含む工程によって得られてなるチタニルフタロシアニン結晶を用い、

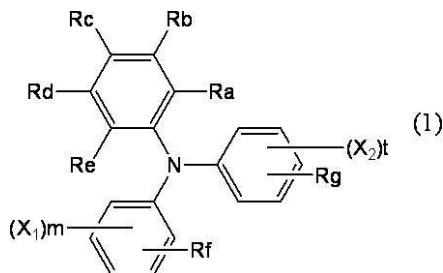
(a) o-フタロニトリルまたはその誘導体、もしくは、1,3-ジイミノイソインドリンまたはその誘導体1モルに対して、チタンアルコキシドまたは四塩化チタンを $0.40 \sim 0.53$ モルの範囲内の値で添加し、かつ、前記o-フタロニトリルまたはその誘導体もしくは、1,3-ジイミノイソインドリンまたはその誘導体1モルに対して尿素化合物を $0.1 \sim 0.95$ モルの範囲内の値で添加して反応させて製造する工程

(b) (a) 工程において製造したチタニルフタロシアニン化合物に対して、酸処理を実施し、チタニルフタロシアニン結晶を製造する工程

かつ前記正孔輸送材料が下記一般式 (1) で示される電子写真感光体が提供され、上述した問題を解決することができる。

【 0 0 1 4 】

【 化 1 】

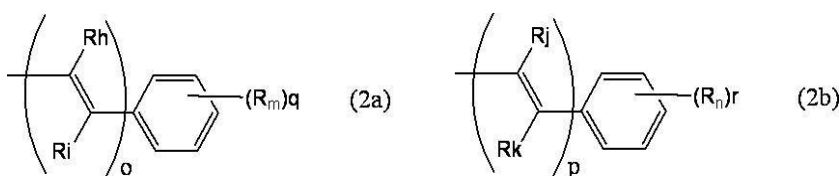


【 0 0 1 5 】

[式中、Ra ~ Rg は、同一又は異なって、水素原子、ハロゲン原子、炭素数 1 ~ 20 のアルキル基、炭素数 1 ~ 20 アルコキシ基、置換基を有していてもよい炭素数 6 ~ 30 のアリール基、または Ra ~ Re のうち、隣接する二つの置換基同士が炭化水素環構造を形成してもよく、X₁ は下記式 (2a) で表される基を示し、X₂ は下記式 (2b) で表される基を示し、m および t は同一又は異なって 1 ~ 3 の整数である。]

【 0 0 1 6 】

【 化 2 】



【 0 0 1 7 】

[式 (2a)、(2b) 中、Rh、Ri、Rj 及び Rk は、同一又は異なって、水素原

10

20

30

40

50

子、炭素数 1 ~ 20 のアルキル基、置換基を有していてもよい炭素数 6 ~ 30 のアリール基を示し、 R_m 及び R_n は、ハロゲン原子、炭素数 1 ~ 20 のアルキル基、炭素数 1 ~ 20 のアルコキシ基、置換基を有していてもよい炭素数 6 ~ 30 のアリール基を示し、 q 及び r は同一または異なって 0 ~ 5 の整数を示す。ただし、 q が 2 以上の時、 R_m は異なる基であっても良く、 r が 2 以上の時、 R_n は異なる基であっても良い。 o 及び p は同一または異なって 1 または 2 の整数であり、同時に 1 の場合は除く。]

すなわち、このような光学特性及び熱特性を有するチタニルフタロシアン結晶を電荷発生剤として用い、さらに正孔輸送剤として特定の構造を有する正孔輸送剤を含有する電子写真感光体であれば、当該チタニルフタロシアン結晶の感光層における分散性が良好であり、且つ感光層のクラックを抑制できるので、良質な画像を形成することができる。

10

【0018】

また、かかるチタニルフタロシアン結晶を電荷発生剤として用いることにより、感光層用塗布液中における型結晶及び型結晶への結晶転移を有効に抑制することができる。したがって、貯蔵安定性に優れた感光層用塗布液を得ることができるため、良質な画像が得られる電子写真感光体を、安定的かつ安価に製造することができる。

【0019】

また、本発明の電子写真感光体を形成するにあたり、前記チタニルフタロシアン結晶が前記CuK特性X線回折スペクトルにおいて、ブラッグ角 $2\theta \pm 0.2^\circ = 26.2^\circ$ にピークを有さないことが好ましい。

20

すなわち、このように構成することにより、チタニルフタロシアン結晶が型に転移することをさらに長期にわたって制御することができ、有機溶媒中におけるチタニルフタロシアン結晶の貯蔵安定性を、さらに優れたものとすることができる。

また、本発明の電子写真感光体を形成するにあたり、前記チタニルフタロシアン結晶が有機溶媒中に7日間浸漬した後に回収したチタニルフタロシアン結晶が、CuK特性X線回折スペクトルにおいて、少なくともブラッグ角 $2\theta \pm 0.2^\circ = 27.2^\circ$ に最大ピークを有するとともに、 26.2° にピークを有さないことが好ましい。

すなわち、このように構成することにより、有機溶媒中における結晶転移を、さらに確実に制御することができ、その結果、貯蔵安定性に優れたチタニルフタロシアン結晶の良否を定量的に判断することができる。

30

【0022】

また、本発明の別の態様は、導電性基体と、前記導電性基体の表面に、直接にまたは中間層を介して形成された感光層とを備える電子写真感光体を有し、

前記感光層が、少なくとも結着樹脂と電荷発生材料と電荷輸送材料を含有するとともに、前記電荷発生材料が、CuK特性X線回折スペクトルにおいて、ブラッグ角 $2\theta \pm 0.2^\circ = 27.2^\circ$ にピークを有するとともに、示差走査熱量分析において、吸着水の気化に伴うピーク以外に270 ~ 400 の範囲内に、1つのピークを有し、下記工程(a) ~ (b)を含む工程によって得られてなるチタニルフタロシアン結晶を用い、

(a) o-フタロニトリルまたはその誘導体、もしくは、1,3-ジイミノイソインドリンまたはその誘導体1モルに対して、チタンアルコキシドまたは四塩化チタンを0.40 ~ 0.53モルの範囲内の値で添加し、かつ、前記o-フタロニトリルまたはその誘導体もしくは、1,3-ジイミノイソインドリンまたはその誘導体1モルに対して尿素化合物を0.1 ~ 0.95モルの範囲内の値で添加して反応させて製造する工程

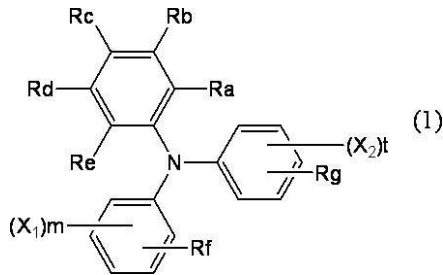
40

(b) (a)工程において製造したチタニルフタロシアン化合物に対して、酸処理を実施し、チタニルフタロシアン結晶を製造する工程

前記正孔輸送材料が下記一般式(1)で示される正孔輸送材料を含み、当該電子写真感光体の周囲に少なくとも帯電手段、露光手段、現像手段、及び転写手段が順次配置されたことを特徴とする画像形成装置である。

【0023】

【化3】

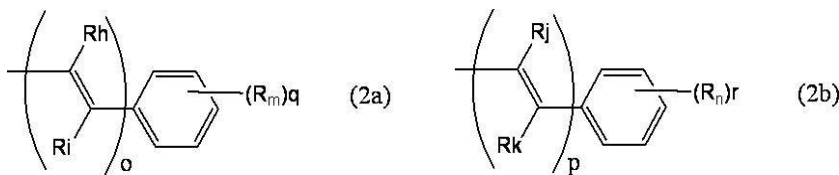


【0024】

[式中、Ra ~ Rgは、同一又は異なって、水素原子、ハロゲン原子、炭素数1 ~ 20のアルキル基、炭素数1 ~ 20アルコキシ基、置換基を有していてもよい炭素数6 ~ 30のアリール基、またはRa ~ Reのうち、隣接する二つの置換基同士が炭化水素環構造を形成してもよく、X₁は下記式(2a)で表される基を示し、X₂は下記式(2b)で表される基を示し、mおよびtは同一又は異なって1 ~ 3の整数である。]

【0025】

【化4】



【0026】

[式(2a)、(2b)中、Rh、Ri、Rj及びRkは、同一又は異なって、水素原子、炭素数1 ~ 20のアルキル基、置換基を有していてもよい炭素数6 ~ 30のアリール基を示し、Rm及びRnは、ハロゲン原子、炭素数1 ~ 20のアルキル基、炭素数1 ~ 20のアルコキシ基、置換基を有していてもよい炭素数6 ~ 30のアリール基を示し、q及びrは同一または異なって0 ~ 5の整数を示す。ただし、qが2以上の時、Rmは異なる基であっても良く、rが2以上の時、Rnは異なる基であっても良い。o及びpは同一または異なって1または2の整数であるが、同時に1の場合は除く。]

すなわち、このように構成することにより有機溶媒中に長期間浸漬した場合であっても結晶転移が少なく、貯蔵安定性に優れたチタニルフタロシアン結晶を、電荷発生剤として用いる電子写真感光体を搭載することによって、良好な電気特性及び画像特性を有する画像形成装置を安定的に得ることができる。

【0027】

また、本発明の画像形成装置を形成するにあたり、電子写真感光体におけるプロセススピードを100 ~ 250 mm/secの範囲内の値とすることを特徴とする。

【0028】

すなわち、このように構成することにより、画像形成を高速で行うことができ、画像形成効率を高めることができる。

【0029】

また、本発明の画像形成装置によれば、感光層における電荷発生剤としてのチタニルフタロシアン結晶の分散性が良好であるため、繰り返し使用した場合であっても、感光体における感度及び帯電性を良好な状態に保持することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0030】

[第1の実施形態]

本発明の第1の実施形態は、前記電荷発生材料が、CuK特性X線回折スペクトルにおいて、ブラッグ角 $2\theta \pm 0.2^\circ = 27.2^\circ$ にピークを有するとともに、示差走査熱

10

20

30

40

50

量分析において、吸着水の気化に伴なうピーク以外に270～400の範囲内に、1つのピークを有するチタニルフタロシアニン結晶を少なくとも含有し、前記正孔輸送材料が上記一般式(1)で示される正孔輸送材料とを含有していることを特徴とする、電子写真感光体である。

1. 電子写真感光体

本発明の画像形成装置を構成するにあたり、使用される感光体としては、単層型電子写真感光体または積層型電子写真感光体のいずれであってもよい。以下、単層型電子写真感光体及び積層型電子写真感光体について、それぞれ具体的に説明する。

10

1-1 単層型電子写真感光体

(1) 基本的構成

本発明の画像形成装置を構成するにあたり、電子写真感光体が単層型電子写真感光体であることが好ましい。

【0031】

かかる単層型電子写真感光体の基本的な構成としては、図1(a)に示すように、基体12上に単一の感光層14を設けて単層型電子写真感光体10を構成したものである。

20

【0032】

この感光層14は、電荷発生剤としての特定のチタニルフタロシアニン結晶と、電子輸送剤と、正孔輸送剤と、結着樹脂等とを所定の溶媒に溶解または分散させた塗布液を、基体12上に塗布し、乾燥させることで形成することができる。

【0033】

このような単層型電子写真感光体10は、正負いずれの帯電型であっても採用することができるとともに、感光体の層構成が簡易となり、生産性を向上させることができる。また、層間の界面が少ないことから、光学的特性を向上させることができる。

【0034】

また、図1(b)に示すように、導電性基体12と感光層14との間に、感光体の特性を阻害しない範囲でバリア層16が形成されている感光体10'でもよい。さらに、図1(c)に示すように、感光層14の表面に、保護層18が形成されている感光体10''であってもよい。

30

【0035】

なお、このような単層型電子写真感光体において、電荷輸送剤としては、電子輸送剤または正孔輸送剤のうち、どちらか一方のみを用いてもよい。

(2) 電荷発生剤

40

(2)-1 光学特性

本発明を構成するチタニルフタロシアニン結晶は、光学特性として、CuK特性X線回折スペクトルにおいて、ブラッグ角 $2\theta \pm 0.2^\circ = 27.2^\circ$ にピークを有することを特徴とする(第1の光学特性)。

【0036】

また、CuK特性X線回折スペクトルにおいて、ブラッグ角 $2\theta \pm 0.2^\circ = 26.2^\circ$ にピークを有さないことが好ましい(第2の光学特性)。

【0037】

さらに、CuK特性X線回折スペクトルにおいて、ブラッグ角 $2\theta \pm 0.2^\circ = 7.$

50

4°にピークを有さないことが好ましい(第3の光学特性)。

【0038】

この理由は、かかる第1の光学特性を備えない場合には、このような光学特性を有するチタニルフタロシアン結晶と比較して、電子写真感光体を作成するための感光層における分散性が著しく低下する場合があるためである。逆に言えば、第1の光学特性、より好ましくは、第2の光学特性及び第3の光学特性を備えることにより、感光層における分散性を向上させることができるためである。また、チタニルフタロシアン結晶がこれらの特性を有することによって、有機溶媒中における結晶型の安定性を向上させることができるためである。

【0039】

なお、チタニルフタロシアン結晶の感光層における分散性は、良質な画像を形成するために必要な要素である。詳細は熱特性の項において記載する。

【0040】

また、上述したチタニルフタロシアン結晶の有機溶媒中における安定性は、感光層を形成するための感光層用塗布液を製造する際に、かかる感光層用塗布液中において、当該チタニルフタロシアン結晶の結晶型が、電気特性に優れたY型から、電気特性に劣る型及び型へと結晶転移することを防止するために必要な要素である。

【0041】

また、有機溶媒中に7日間浸漬した後に回収したチタニルフタロシアン結晶が、CuK特性X線回折スペクトルにおいて、少なくともブラッグ角 $2\theta \pm 0.2^\circ = 27.2^\circ$ に最大ピークを有するとともに、 26.2° にピークを有さないことが好ましい。この理由は、有機溶媒中において7日間浸漬した場合であっても、チタニルフタロシアン結晶が、上述した特性を保持できることによって、チタニルフタロシアン結晶の感光層における分散性、及び有機溶媒中における結晶転移を、さらに確実に制御することができるためである。

【0042】

なお、チタニルフタロシアン結晶の貯蔵安定性を評価する基準となる有機溶媒への浸漬実験評価は、例えば、電子写真用感光体を作成するための感光層用塗布液を実際に保管する条件と、同一条件で実施することが好ましい。したがって、例えば、温度 23 ± 1 、相対湿度50~60%RHの条件下で、密閉系中において、チタニルフタロシアン結晶の貯蔵安定性を評価することが好ましい。

【0043】

また、チタニルフタロシアン結晶の貯蔵安定性を評価する際の有機溶媒としては、テトラヒドロフラン、ジクロロメタン、トルエン、1,4-ジオキサン、及び1-メトキシ-2-プロパノールからなる群の少なくとも1種であることが好ましい。

【0044】

この理由は、かかる有機溶媒を感光層用塗布液における有機溶剤として用いた場合に、特定のチタニルフタロシアン結晶の安定性をより確実に判断することができるとともに、特定のチタニルフタロシアン結晶、電荷輸送剤、及び結着樹脂等における相溶性が良好となるためである。したがって、特定のチタニルフタロシアン結晶及び電荷輸送剤等の特性を、より有効に発揮させる感光体を形成することができ、さらに電気特性及び画像特性に優れた電子写真感光体を、安定して製造することができるためである。

(2) - 2 熱特性

また、本発明を構成する特定のチタニルフタロシアン結晶は、熱特性として、示差走査熱量分析において、吸着水の気化に伴うピーク以外に $270 \sim 400$ の範囲内に、1つのピークを有することを特徴とする。

【0045】

この理由は、上述した光学特性に加えて、このような熱特性を有するチタニルフタロシアン結晶を電荷発生剤として用いた画像形成装置であれば、当該チタニルフタロシアン結晶の感光層における分散性が良好になるため、露光メモリ、黒筋、及び黒点等の発生

10

20

30

40

50

を効果的に抑制した良質な画像を形成することができるためである。

【0046】

また、上述した特定のチタニルフタロシアニン結晶を電荷発生剤として用いれば、感光層用塗布液中における 型結晶及び 型結晶への結晶転移を有効に抑制することができる。したがって、貯蔵安定性に優れた感光層用塗布液を得ることができ、良質な画像を効率的に形成できる画像形成装置を、安定して製造することができるためである。

【0047】

なお、吸着水の気化に伴うピーク以外のピークであって、270～400 の範囲内に現れる1つのピークは、290～400 の範囲内に現れることがより好ましく、300～400 の範囲内に現れることがさらに好ましい。

10

【0048】

ここで、上述した光学特性、及び熱特性を有するチタニルフタロシアニン結晶が、感光層における分散性に優れる理由を説明する。

【0049】

第1の光学特性を有するチタニルフタロシアニン結晶は、それ以外の従来のチタニルフタロシアニン結晶と比較して、その結晶成長が抑制される傾向があるため、従来のチタニルフタロシアニン結晶よりも粒径が小さな結晶を形成する傾向がある。よって、かかる結晶粒径の小ささが、従来のチタニルフタロシアニン結晶と比較して、感光層における分散性を向上させているのである。

(2) - 3 チタニルフタロシアニン化合物の構造

20

また、チタニルフタロシアニン化合物の構造が、下記一般式(3a)で表される化合物であることが好ましい。

【0050】

この理由は、このような構造のチタニルフタロシアニン化合物を用いることによって、感光層における特定のチタニルフタロシアニン結晶の分散性をさらに向上させることができるばかりか、感光層用塗布液中における結晶型の安定性についてもさらに向上させることができるためである。

【0051】

また、特に、チタニルフタロシアニン化合物の構造が、下記式(3)で表される無置換のチタニルフタロシアニン化合物であることが好ましい。

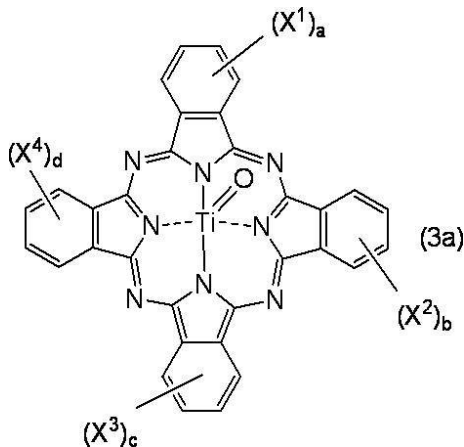
30

【0052】

この理由は、このような構造のチタニルフタロシアニン化合物を用いることによって、感光層における分散性、及び感光層用塗布液中における結晶型の安定性において、さらに優れた特定のチタニルフタロシアニン結晶をさらに容易に製造することができるためである。

【0053】

【化5】



40

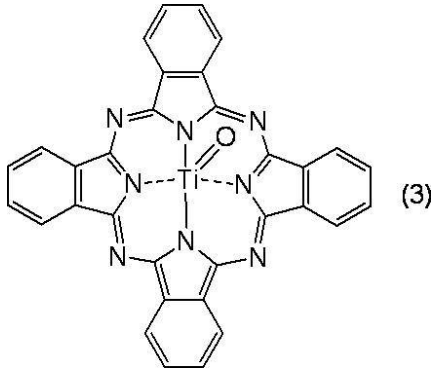
【0054】

50

(一般式(3a)中、 X^1 、 X^2 、 X^3 、及び X^4 はそれぞれ同一または異なってもよい置換基であり、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、シアノ基、またはニトロ基を示し、繰り返し数a、b、c及びdはそれぞれ1~4の整数を示し、それぞれ同一または異なってもよい。)

【0055】

【化6】



10

【0056】

(2) - 4 その他の電荷発生剤

また、感光体における感度領域を調整するために、他の電荷発生剤を併用してもよい。他の電荷発生剤としては、これに限定されるものではないが、例えばセレン、セレン - テルル、セレン - ヒ素、硫化カドミウム、及びアモルファスシリコンなどの無機光導電材料の粉末、アゾ系顔料、ビスアゾ系顔料、ペリレン系顔料、アンサンスロン系顔料、本発明のチタニルフタロシアニン結晶以外の、従来のフタロシアニン系顔料、インジゴ系顔料、トリフェニルメタン系顔料、スレン系顔料、トルイジン系顔料、ピラゾリン系顔料、キナクリドン系顔料、及びジチオケトピロロピロール系顔料などの1種または2種以上が挙げられる。

20

(2) - 5 添加量

また、電荷発生剤の添加量としては、後述する結着樹脂100重量部に対して0.1~50重量部の範囲内の値とすることが好ましい。

【0057】

この理由は、電荷発生剤の添加量をかか範囲内の値とすることによって、感光体への露光をした際に、当該電荷発生剤が効率的に電荷を発生することができるためである。

30

【0058】

すなわち、かかる電荷発生剤の添加量が、結着樹脂100重量部に対して0.1重量部未満となると、電荷発生量が、感光体上に静電潜像を形成するのに不十分となる場合があるためである。一方、かかる電荷発生剤の添加量が、結着樹脂100重量部に対して50重量部を超えると、感光層用塗布液中に均一に分散することが困難になる場合があるためである。

【0059】

よって、結着樹脂100重量部に対する電荷発生剤の添加量を、0.5~30重量部の範囲内の値とすることがより好ましい。

40

【0060】

なお、電荷発生剤の添加量は、電荷発生剤として本発明を構成する特定のチタニルフタロシアニン結晶のみを用いる場合は、当該チタニルフタロシアニン結晶の添加量であり、チタニルフタロシアニン結晶と他の電荷発生剤とを併用する場合は、両者の合計の添加量である。

【0061】

なお、本発明を構成するチタニルフタロシアニン結晶と、他の電荷発生剤とを併用する場合、他の電荷発生剤は、上述したチタニルフタロシアニン結晶の効果を妨げない範囲で少量添加することが好ましい。具体的には、他の電荷発生剤を、チタニルフタロシアニン

50

結晶 100 重量部に対して、100 重量部以下の範囲内の割合で添加することが好ましい。

(3) 結着樹脂

結着樹脂は、従来の結着樹脂を使用することができる。結着樹脂としては例えばスチレン系重合体、スチレン-ブタジエン共重合体、スチレン-アクリロニトリル共重合体、スチレン-マレイン酸共重合体、アクリル系重合体、スチレン-アクリル系共重合体、ポリエチレン、エチレン-酢酸ビニル共重合体、塩素化ポリエチレン、ポリ塩化ビニル、ポリプロピレン、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、ポリエステル、アルキッド樹脂、ポリアミド、ポリウレタン、ポリカーボネート、ポリアリレート、ポリスルホン、ジアリルフタレート樹脂、ケトン樹脂、ポリビニルブチラール樹脂、及びポリエーテル樹脂などの熱可塑性樹脂や、シリコーン樹脂、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、及びその他架橋性の熱硬化性樹脂、さらにエポキシ-アクリレート、及びウレタン-アクリレートなどの光硬化性樹脂などがあげられる。

10

【0062】

(4) 電子輸送剤

(4) - 1 種類

電子輸送材料としては、従来公知の種々の電子輸送性化合物がいずれも使用可能である。特にベンゾキノン系化合物、ジフェノキノン系化合物、ナフトキノン系化合物、マロニニトリル、チオピラン系化合物、テトラシアノエチレン、2,4,8-トリニトロチオキサントン、フルオレノン系化合物〔例えば2,4,7-トリニトロ-9-フルオレノンなど〕、ジニトロベンゼン、ジニトロアントラセン、ジニトロアクリジン、ニトロアントラキノン、無水こはく酸、無水マレイン酸、ジブromo無水マレイン酸、2,4,7-トリニトロフルオレノンイミン系化合物、エチル化ニトロフルオレノンイミン系化合物、トリプトアントリン系化合物、トリプトアントリンイミン系化合物、アザフルオレノン系化合物、ジニトロピリドキナゾリン系化合物、チオキサントン系化合物、2-フェニル-1,4-ベンゾキノン系化合物、2-フェニル-1,4-ナフトキノン系化合物、5,12-ナフタセンキノン系化合物、-シアノスチルベン系化合物、4,4'-ニトロスチルベン系化合物、及びベンゾキノン系化合物の陰イオンラジカルとカチオンとの塩などの電子吸引性化合物が好適に使用される。これらはそれぞれ単独で使用される他、2種以上を併用することもできる。

20

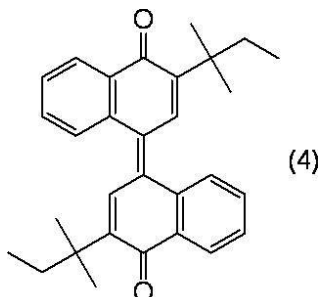
30

【0063】

また、好適に使用される電子輸送剤の具体例としては、下記式(4)~(7)で表される化合物(ETM-A~D)が挙げられる。

【0064】

【化7】

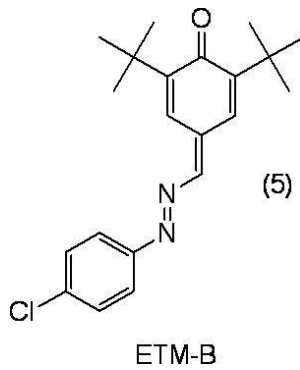


ETM-A

40

【0065】

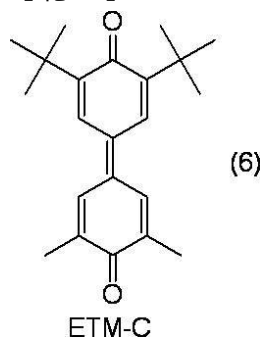
【化 8】



10

【 0 0 6 6 】

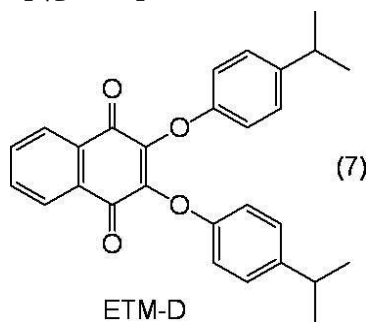
【化 9】



20

【 0 0 6 7 】

【化 10】



30

【 0 0 6 8 】

(4) - 2 添加量

また、電子輸送剤の添加量としては、結着樹脂 100 重量部に対して 20 ~ 500 重量部の範囲内の値とすることが好ましく、30 ~ 200 重量部の範囲内の値とすることがより好ましい。なお、電子輸送剤と、後述の正孔輸送剤とを併用する場合には、その合計量を、結着樹脂 100 重量部に対して 20 ~ 500 重量部の範囲内の値とすることが好ましく、30 ~ 200 重量部の範囲内の値とすることがより好ましい。

【 0 0 6 9 】

また、電子輸送剤と、後述する正孔輸送剤とを併用して用いる場合、電子輸送剤の添加量を、正孔輸送剤 100 重量部に対して 10 ~ 100 重量部の範囲内の値とすることが好ましい。

40

(5) 正孔輸送剤

(5) - 1 種類

一般式 (I) において、R a ~ R g における、ハロゲン原子は、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素原子が挙げられる。アルキル基は、炭素原子が 1 ~ 20、好ましくは 1 ~ 8 のものが挙げられる。アルキル基としては、メチル、エチル、プロピル、t - ブチル、n - ブチル、ペンチル、ヘプチル等が挙げられる。アルコキシ基は、炭素原子が 1 ~ 20、好ましくは 1 ~ 8 のものが挙げられる。アルコキシ基としては、メトキシ、エトキシ、プロポキ

50

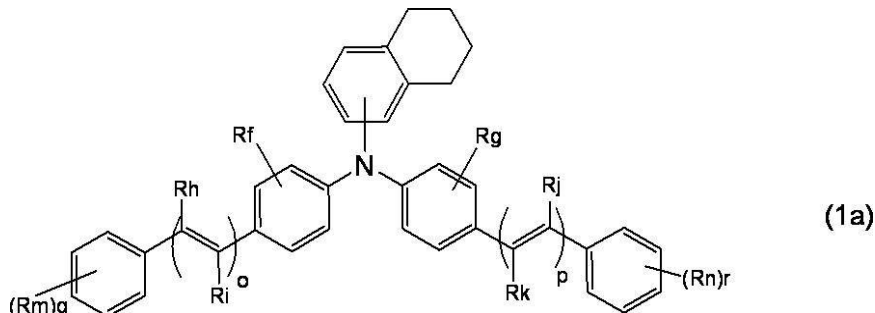
シ、ブトキシ等が挙げられる。アリール基としては、炭素数 6 ~ 30、好ましくは 6 ~ 12 のものが挙げられる。例えば、フェニル基、ナフチル基、ピフェニル基、アントリル基、フェナントリル基等が挙げられる。なかでもフェニル基が好ましい。アリール基に置換されているよい置換基は、特に限定されないが、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基等が挙げられる。なかでも、水素原子又はアルキル基が好ましい。

【0070】

一般式 (I) において、R a ~ R e における置換基は、正孔輸送剤の溶解性が向上する点より、ブチル基、フェニル基、または隣接する二つの置換基同士がシクロアルカン構造を形成している場合が好ましく、下記式 (1 a) のアミン誘導体がより好ましい。

【0071】

【化11】



【0072】

式 (1 a) 中、R f ~ R k、R m、R n、o、p、q、r は式 (1) の定義と同じである。

【0073】

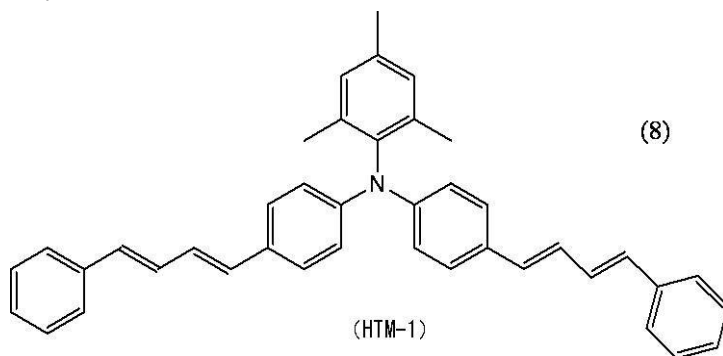
X における、R h 及び R i として、アルキル基及びアリール基は、上述したものと同様のものが例示される。

【0074】

一般式 (1) の化合物としては、例えば、下記式 (8) ~ (16) で表される化合物 (HTM-1 ~ HTM-9) が挙げられる。

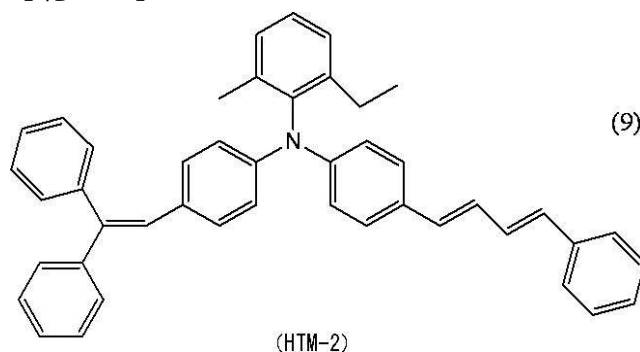
【0075】

【化12】



【0076】

【化13】



【0077】

10

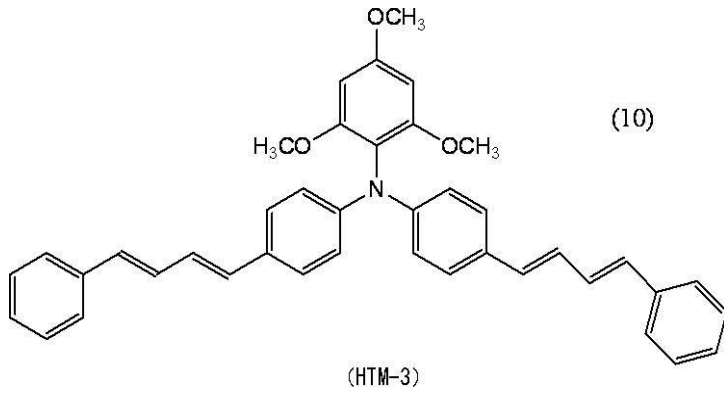
20

30

40

50

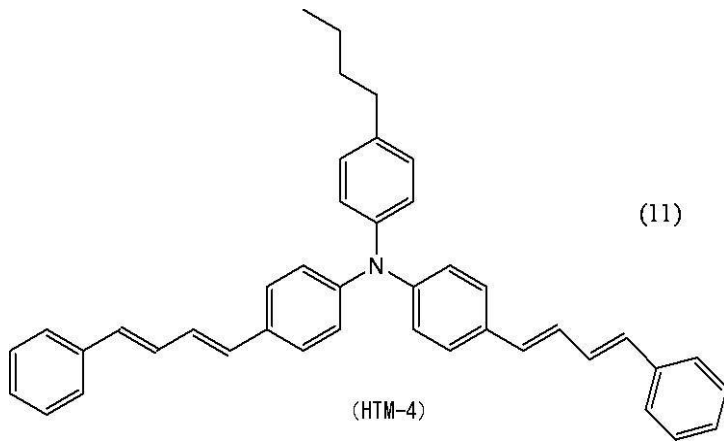
【化 1 4】



10

【 0 0 7 8】

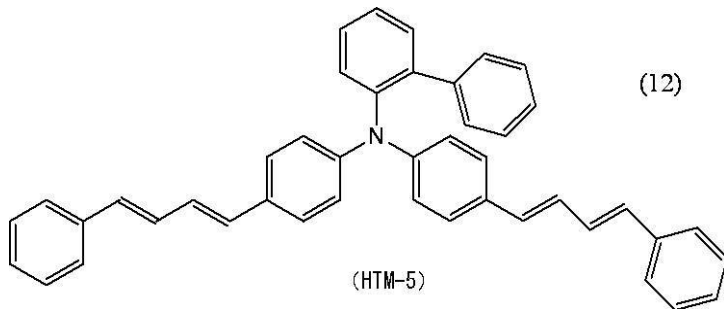
【化 1 5】



20

【 0 0 7 9】

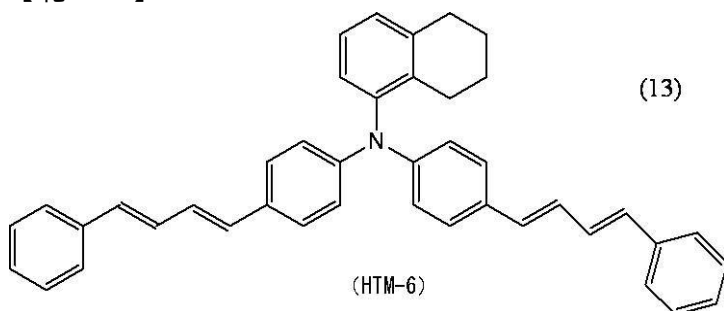
【化 1 6】



30

【 0 0 8 0】

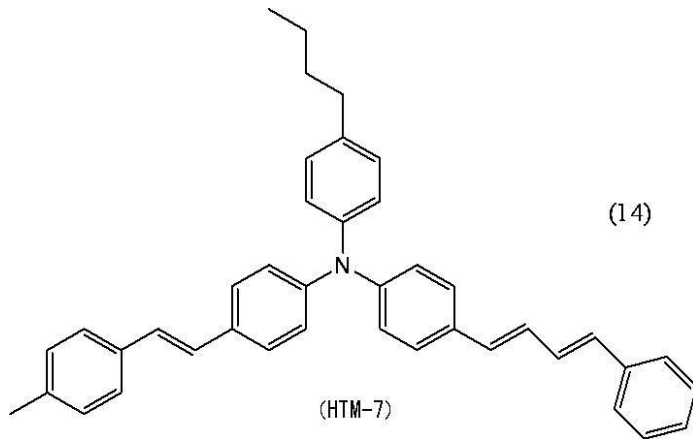
【化 1 7】



40

【 0 0 8 1】

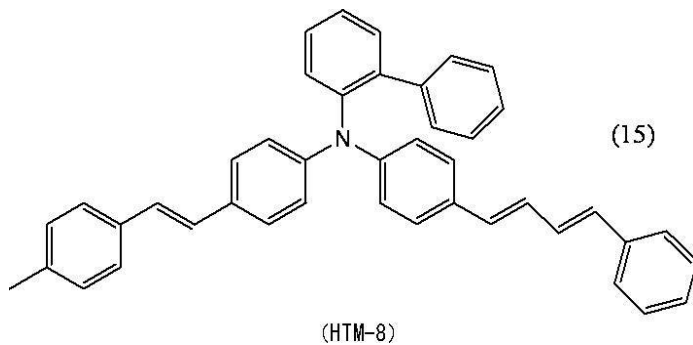
【化18】



10

【0082】

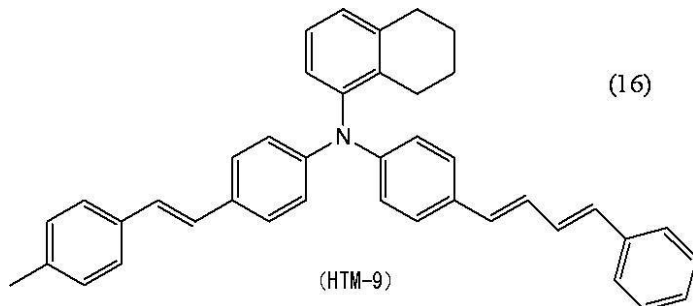
【化19】



20

【0083】

【化20】



30

【0084】

また正孔輸送剤としては、従来公知の種々の正孔輸送性化合物がいずれも併用可能である。特にベンジジン系化合物、フェニレンジアミン系化合物、ナフチレンジアミン系化合物、フェナントリレンジアミン系化合物、オキサジアゾール系化合物〔例えば2,5-ジ(4-メチルアミノフェニル)-1,3,4-オキサジアゾールなど〕、スチリル系化合物〔例えば9-(4-ジエチルアミノスチリル)アントラセンなど〕、カルバゾール系化合物〔例えばポリ-N-ビニルカルバゾールなど〕、有機ポリシラン化合物、ピラゾリン系化合物〔例えば1-フェニル-3-(p-ジメチルアミノフェニル)ピラゾリンなど〕、ヒドラゾン系化合物、トリフェニルアミン系化合物、インドール系化合物、オキサゾール系化合物、イソオキサゾール系化合物、チアゾール系化合物、チアジアゾール系化合物、イミダゾール系化合物、ピラゾール系化合物、トリアゾール系化合物、プタジエン系化合物、ピレン-ヒドラゾン系化合物、アクロレイン系化合物、カルバゾール-ヒドラゾン系化合物、キノリン-ヒドラゾン系化合物、スチルベン系化合物、スチルベン-ヒドラゾン系化合物、及びジフェニレンジアミン系化合物などが好適に使用される。これらはそれぞれ単独で使用される他、2種以上を併用することもできる。

40

(5) - 2 添加量

50

また、正孔輸送剤の添加量としては、結着樹脂100重量部に対して20～500重量部の範囲内の値とすることが好ましく、30～200重量部の範囲内の値とすることがより好ましい。なお、正孔輸送剤と、上述の電子輸送剤とを併用する場合には、その合計量を、結着樹脂100重量部に対して20～500重量部の範囲内の値とすることが好ましく、30～200重量部の範囲内の値とすることがより好ましい。

(6) その他の添加剤

また、感光層には、上述の各成分の他に、例えば増感剤、フルオレン系化合物、紫外線吸収剤、可塑剤、界面活性剤、レベリング剤などの種々の添加剤を添加することもできる。また感光体の感度を向上させるために、例えばターフェニル、ハロナフトキノン類、及びアセナフチレンなどの増感剤を、電荷発生剤と併用してもよい。

10

(7) 基体

上述の感光層が形成される基体としては、導電性を有する種々の材料を使用することができる。例えば鉄、アルミニウム、銅、スズ、白金、銀、バナジウム、モリブデン、クロム、カドミウム、チタン、ニッケル、パラジウム、インジウム、ステンレス鋼、及び真鍮などの金属にて形成された基体や、上述の金属が蒸着またはラミネートされたプラスチック材料からなる基体、あるいはヨウ化アルミニウム、酸化スズ、及び酸化インジウムなどで被覆されたガラス製の基体などが例示される。

【0085】

すなわち、基体自体が導電性を有するか、あるいは基体の表面が導電性を有していればよい。また、基体は、使用に際して、十分な機械的強度を有するものが好ましい。

20

【0086】

また、基体の形状は使用する画像形成装置の構造に合わせて、シート状、及びドラム状などのいずれであってもよい。

(8) 製造方法

単層型感光体を製造するにあたり、結着樹脂と、電荷発生剤と、正孔輸送剤と、さらに必要に応じて電子輸送剤と、を溶媒に添加して、分散混合し、感光層用塗布液とする。すなわち、単層型感光体を塗布方法により形成する場合には、電荷発生剤としてのチタニルフタロシアニン結晶、電荷輸送剤、及び結着樹脂等を適当な溶剤とともに、公知の方法、例えばロールミル、ボールミル、アトライタ、ペイントシェーカー、及び超音波分散機等を用いて分散混合して分散液を調整し、これを公知の手段により塗布して乾燥させればよい。

30

【0087】

また、感光層用塗布液を作るための溶剤としては、テトラヒドロフラン、ジクロロメタン、トルエン、1,4-ジオキサン、及び1-メトキシ-2-プロパノール等の1種または2種以上が挙げられる。

【0088】

さらに、感光層用塗布液中に、電荷輸送剤や電荷発生剤の分散性や感光体層表面の平滑性を良好なものとするために、界面活性剤やレベリング剤等を添加してもよい

(9) チタニルフタロシアニン結晶の製造方法

また、ここで本発明を構成するCuK特性X線回折スペクトルにおいて、ブラッグ角 $2\theta \pm 0.2^\circ = 27.2^\circ$ にピークを有するとともに、示差走査熱量分析において、吸着水の気化に伴うピーク以外に270～400の範囲内に、1つのピークを有するチタニルフタロシアニン結晶の製造方法について説明する。

40

【0089】

かかるチタニルフタロシアニン結晶の製造方法は、下記工程(a)～(b)を含むことが好ましい。

(a) o-フタロニトリルまたはその誘導体、もしくは1,3-ジイミノイソインドリンまたはその誘導体1モルに対して、チタンアルコキシドまたは四塩化チタンを0.40～0.53モルの範囲内の値で添加し、かつ、o-フタロニトリルまたはその誘導体、もしくは1,3-ジイミノイソインドリンまたはその誘導体1モルに対して尿素化合物を0.

50

1 ~ 0.95モルの範囲内の値で添加して反応させ、チタニルフタロシアニン化合物を製造する工程

(b)(a)工程において製造したチタニルフタロシアニン化合物に対して、酸処理を実施し、チタニルフタロシアニン結晶を製造する工程

以下、電荷発生剤の項において既に説明した内容は適宜省略し、上述のチタニルフタロシアニン結晶の製造方法について中心に説明する。

(9)-1 チタニルフタロシアニン化合物の製造工程

チタニルフタロシアニン化合物の製造方法としては、かかる分子の製造材料としてのo-フタロニトリルまたはその誘導体、もしくは1,3-ジイミノイソインドリンまたはその誘導体と、チタンアルコキシドまたは四塩化チタンと、を尿素化合物の存在下において反応させて、チタニルフタロシアニン化合物を製造することが好ましい。

【0090】

ここで、式(3)で表されるチタニルフタロシアニン化合物を例にとって、その製造方法を具体的に説明する。

【0091】

すなわち、式(3)で表されるチタニルフタロシアニン化合物を製造する場合には、下記反応式(1)又は下記反応式(2)に準じて実施することが好ましい。なお、反応式(1)及び反応式(2)においては、チタンアルコキシドとして、一例ではあるが、式(47)で表されるチタンテトラプトキシドを用いている。

【0092】

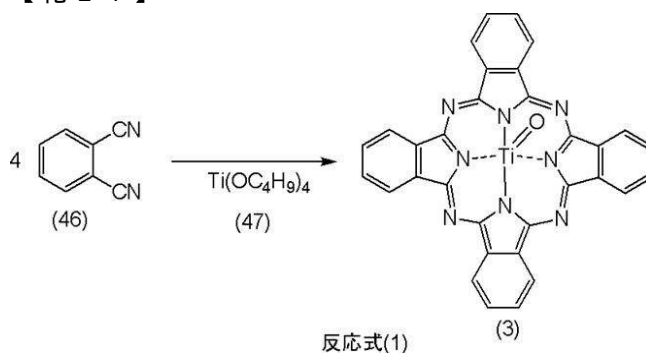
したがって、反応式(1)に示すように、式(46)で表されるo-フタロニトリルと、式(47)で表されるチタンアルコキシドとしてのチタンテトラプトキシドとを反応させるか、反応式(2)において示すように、式(48)で表される1,3-ジイミノイソインドリンと、式(47)で表されるチタンテトラプトキシド等のチタンアルコキシドとを反応させて、式(3)で表されるチタニルフタロシアニン化合物を製造することが好ましい。

【0093】

なお、式(47)で表されるチタンテトラプトキシド等のチタンアルコキシドの代わりに、四塩化チタンを用いてもよい。

【0094】

【化21】



【0095】

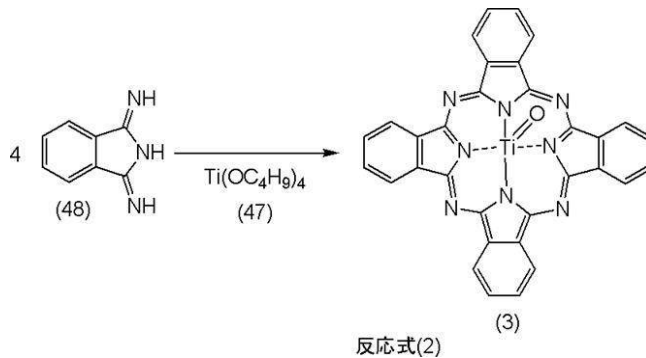
10

20

30

40

【化 2 2】



10

【 0 0 9 6 】

また、式(47)で表されるチタンテトラブトキシド等のチタンアルコキシドまたは四塩化チタンの添加量を、式(46)で表されるo-フタロニトリルまたはその誘導体、もしくは式(48)で表される1,3-ジイミノイソインドリンまたはその誘導体1モルに対して、0.40~0.53モルの範囲内の値とすることが好ましい。

【 0 0 9 7 】

この理由は、式(47)で表されるチタンテトラブトキシド等のチタンアルコキシドまたは四塩化チタンの添加量を、式(46)で表されるo-フタロニトリルまたはその誘導体、もしくは式(48)で表される1,3-ジイミノイソインドリンまたはその誘導体に対して、1/4モル当量を超えた過剰量を添加することにより、後述する尿素化合物との相互作用が効果的に発揮されるためである。なお、かかる相互作用については、尿素化合物の項で詳述する。

20

【 0 0 9 8 】

したがって、式(47)で表されるチタンテトラブトキシド等のチタンアルコキシドまたは四塩化チタンの添加量を、式(46)で表されるo-フタロニトリルまたは式(48)で表される1,3-ジイミノイソインドリン等1モルに対して、0.43~0.50モルの範囲内の値とすることがより好ましく、0.45~0.47モルの範囲内の値とすることがさらに好ましい。

【 0 0 9 9 】

また、工程(a)を、尿素化合物の存在下において行うことが好ましい。この理由は、尿素化合物の存在下において製造されたチタニルフタロシアニン化合物を用いることにより、尿素化合物とチタンアルコキシドまたは四塩化チタンにおける相互作用が発揮されるため、特定のチタニルフタロシアニン結晶を効率的に得ることができるためである。

30

【 0 1 0 0 】

すなわち、かかる相互作用とは、尿素化合物とチタンアルコキシドまたは四塩化チタンとの反応によって生成するアンモニアが、さらにチタンアルコキシドまたは四塩化チタンと錯体を形成し、かかる物質が反応式(1)及び(2)で表される反応をより促進させる作用である。そして、このような促進作用のもとに、原料物質を反応させることにより、有機溶媒中であっても、結晶転移しにくいチタニルフタロシアニン結晶を効率的に製造することができる。

40

【 0 1 0 1 】

また、工程(a)で使用される尿素化合物が、尿素、チオ尿素、O-メチルイソ尿素硫酸塩、O-メチルイソ尿素炭酸塩、及びO-メチルイソ尿素塩酸塩からなる群の少なくとも1種であることが好ましい。

【 0 1 0 2 】

この理由は、かかる尿素化合物を、反応式(1)及び(2)中の尿素化合物として用いることにより、反応の過程で生成するアンモニアが、より効率的にチタンアルコキシドまたは四塩化チタンと錯体を形成し、かかる物質が反応式(1)及び(2)で表される反応をさらに促進させるためである。

【 0 1 0 3 】

50

すなわち、原料物質としてのチタンアルコキシドまたは四塩化チタンと、尿素化合物とが反応して生成するアンモニアが、さらに効率的にチタンアルコキシド等と錯体化合物を形成するためである。したがって、かかる錯体化合物が反応式(1)及び(2)で表される反応をさらに促進させるためである。

【0104】

なお、かかる錯体化合物は、180以上の高温条件で反応させた場合に、特異的に生成しやすいことが判明している。そのため、沸点が180以上の含窒素化合物中、例えば、キノリン(沸点:237.1)やイソキノリン(沸点:242.5)、あるいはこれらの混合物(重量比10:90~90:10)中で実施することがより有効である。

10

【0105】

よって、反応促進剤としてのアンモニアや、それに起因した錯体化合物がさらに生成しやすいことから、上述した尿素化合物の中でも、尿素を用いることがより好ましい。

【0106】

また、工程(a)で使用する尿素化合物の添加量を、o-フタロニトリルまたはその誘導体、もしくは1,3-ジイミノイソインドリンまたはその誘導体1モルに対して、0.1~0.95モルの範囲内の値とすることが好ましい。

【0107】

この理由は、尿素化合物の添加量をかかるとする範囲内の値とすることにより、上述した尿素化合物の作用をより効率的に発揮させることができるためである。

20

【0108】

したがって、かかる尿素化合物の添加量を、o-フタロニトリルまたはその誘導体、もしくは1,3-ジイミノイソインドリンまたはその誘導体1モルに対して、0.3~0.8モルの範囲内の値とすることがより好ましく、0.4~0.7モルの範囲内の値とすることがさらに好ましい。

【0109】

また、工程(a)で使用する溶媒としては、例えば、キシレン、ナフタレン、メチルナフタレン、テトラリン、及びニトロベンゼン等の炭化水素系溶剤、ジクロロベンゼン、トリクロロベンゼン、ジブロモベンゼン、及びクロロナフタレン等のハロゲン化炭化水素系溶剤、ヘキサノール、オクタノール、デカノール、ベンジルアルコール、エチレングリコール、及びジエチレングリコール等のアルコール系溶剤、シクロヘキサノン、アセトフェノン、1-メチル-2-ピロリドン、及び1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン等のケトン系溶剤、ホルムアミド、及びアセトアミド等のアミド系溶剤、ピコリン、キノリン、及びイソキノリン等の窒素含有溶剤からなる群の1種または2種以上の任意の組み合わせが挙げられる。

30

【0110】

特に、沸点が180以上の含窒素化合物、例えば、キノリンやイソキノリンであれば、原料物質としてのチタンアルコキシドまたは四塩化チタンと、尿素化合物とが反応して生成するアンモニアが、さらに効率的にチタンアルコキシド等と錯体化合物を形成しやすくなることから好適な溶媒である。

40

【0111】

また、工程(a)における反応温度を150以上の高温とすることが好ましい。この理由は、かかる反応温度が150未満、特に135以下となると、原料物質としてのチタンアルコキシドまたは四塩化チタンと、尿素化合物とが反応して、錯体化合物を形成しにくくなるためである。したがって、かかる錯体化合物が反応式(1)及び(2)で表される反応をさらに促進させることが困難となって、有機溶媒中であっても、結晶転移ににくいチタニルフタロシアニン結晶を効率的に製造することが困難となるためである。

【0112】

したがって、工程(a)における反応温度を180~250の範囲内の値とすることがより好ましく、200~240の範囲内の値とすることがさらに好ましい。

50

【0113】

また、工程(a)における反応時間は、反応温度にもよるが、0.5～10時間の範囲とすることが好ましい。この理由は、かかる反応時間が0.5時間未満となると、原料物質としてのチタンアルコキシドまたは四塩化チタンと、尿素化合物とが反応して、錯体化合物を形成しにくくなるためである。したがって、かかる錯体化合物が反応式(1)及び(2)で表される反応をさらに促進させることが困難となって、有機溶媒中であっても、結晶転移しにくいチタニルフタロシアニン結晶を効率的に製造することが困難となるためである。一方、かかる反応時間が10時間を越えると、経済的に不利となったり、あるいは生成した錯体化合物が減少したりする場合があるためである。

【0114】

したがって、工程(a)における反応時間を0.6～3.5時間の範囲内の値とすることがより好ましく、0.8～3時間の範囲内の値とすることがさらに好ましい。

(9)-2 チタニルフタロシアニン結晶の製造工程

次いで、上述した工程において製造されたチタニルフタロシアニン化合物に対して、後処理としての酸処理を実施し、チタニルフタロシアニン結晶を得ることが好ましい。

【0115】

また、酸処理を実施する前段階として、上述した反応によって得たチタニルフタロシアニン化合物を水溶性有機溶媒中に加え、加熱下で一定時間、攪拌処理し、ついで当該攪拌処理よりも低温の温度条件下で一定時間、液を静置して安定化処理する酸処理前工程を行うことが好ましい。

【0116】

また、酸処理前工程に使用する水溶性有機溶媒としては、例えばメタノール、エタノール、及びイソプロパノールなどのアルコール類、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、プロピオン酸、酢酸、N-メチルピロリドン、及びエチレングリコール等の1種または2種以上が挙げられる。なお水溶性有機溶媒には、少量であれば、非水溶性の有機溶媒を添加してもよい。

【0117】

また、酸処理前工程のうち攪拌処理の条件は特に限定されないが、およそ70～200程度の温度範囲の一定温度条件下で、1～3時間程度の攪拌処理を行うのが好ましい。さらにまた、攪拌処理後の安定化処理の条件も特に限定されないが、およそ10～50程度、特に好ましくは 23 ± 1 前後の温度範囲の一定温度条件下で、5～15時間程度、液を静置して安定化させるのが好ましい。

【0118】

次いで、酸処理工程を以下のように実施することが好ましい。すなわち、上述した酸処理前工程で得られたチタニルフタロシアニン結晶を酸に溶解させた後、当該溶液を、水に対して滴下して再結晶させ、次いで得られたチタニルフタロシアニン結晶をアルカリ水溶液中で洗浄することが好ましい。具体的には、得られた粗結晶を酸に溶解し、この溶液を氷冷下の水中に滴下したのち一定時間にわたって攪拌し、さらに10～30の範囲内の温度で静置して再結晶させることが好ましい。次いで、乾燥させず、水が存在した状態において、非水系溶媒中で、30～70で2～8時間攪拌することが好ましい。

【0119】

なお、酸処理に使用する酸としては、例えば濃硫酸、トリフルオロ酢酸、及びスルホン酸等を用いることが好ましい。この理由は、かかる強酸を酸処理に用いることによって、不純物を十分に分解することができる一方、特定のチタニルフタロシアニン結晶の分解は抑えることができるためである。よって、より高純度かつ結晶特性に優れたチタニルフタロシアニン結晶を得ることができるためである。

【0120】

また、洗浄処理に使用するアルカリ水溶液としては、例えばアンモニア水溶液、水酸化ナトリウム水溶液等の一般的なアルカリ水溶液を用いることが好ましい。

【0121】

この理由は、酸処理後の特定のチタニルフタロシアン結晶を、かかるアルカリ水溶液を用いて洗浄することによって、当該結晶の環境を酸性から中性とすることができるためである。その結果、次工程における当該結晶の取り扱いが容易となるとともに、当該結晶の安定性を向上させることができるためである。

【0122】

また、攪拌処理のための非水系溶媒としては、例えばクロロベンゼン、及びジクロロメタン等のハロゲン系溶媒が挙げられる。

1-2 積層型感光体

(1) 基本的構成

図2(a)に示すように、積層型感光体20は、基体12上に、蒸着または塗布等の手段によって、電荷発生剤としての特定のチタニルフタロシアン結晶を含有する電荷発生層24を形成し、次いでこの電荷発生層24上に、電荷輸送剤等と、結着樹脂を含む感光層用塗布液を塗布し、それを乾燥させて電荷輸送層22を形成することによって作成することができる。

10

【0123】

また、上述の構造とは逆に、図2(b)に示すように、基体12上に、電荷輸送層22を形成し、その上に電荷発生層24を形成してもよい。

【0124】

ただし、電荷発生層24は、電荷輸送層22に比べて膜厚がごく薄いため、その保護のためには、図2(a)に示すように、電荷発生層24の上に電荷輸送層22を形成することがより好ましい。

20

【0125】

また、電荷輸送層においては、正孔輸送剤または電子輸送剤のいずれか一方を含有することが好ましい。

【0126】

このように構成することにより、上述したチタニルフタロシアン結晶と、電荷輸送剤等との相性等を特別に考慮する必要がなく、また、かかるチタニルフタロシアン結晶に対して相性がよい結着樹脂、及び溶剤等を用いて感光層を構成することができる。よって、かかるチタニルフタロシアン結晶の特性を、より効果的に発揮させて、電気特性、及び画像特性に優れた電子写真感光体を安定的に得ることができる。

30

【0127】

また、積層型感光体における感光体層の厚さに関しては、電荷発生層の厚さを0.01~5 μm の範囲内の値とすることが好ましく、0.1~3 μm の範囲内の値とすることがより好ましい。

【0128】

また、このような感光体層が形成される基体としては、上述した単層型感光体の基体と同様のものを用いることができる。

【0129】

また、図2(c)に示すように、電荷発生層24および電荷輸送層22を含む感光層を形成する前に、かかる基体12上に、中間層25を予め形成しておくことも好ましい。この理由は、かかる中間層25を設けることによって、基体側の電荷が容易に感光体層へ注入されるのを防ぐと共に、感光体層を基体22上に強固に結着させ、基体22における表面上の欠陥を被覆し平滑化することができるためである。

40

(2) 種類

本発明の積層型感光体を構成するにあたり、電荷発生剤、正孔輸送剤、結着樹脂、及びその他の添加剤等の種類については、上述した単層型感光体と基本的に同様の内容とすることができる。

(3) 添加量

また、本発明の積層型感光体に用いられる電荷発生剤の添加量は、電荷発生層を構成する結着樹脂100重量部に対して、5~1000重量部の範囲内の値とすることが好まし

50

く、30～500重量部の範囲内の値とすることがより好ましい。

【0130】

また、電荷輸送層を構成する電荷輸送剤と結着樹脂とは、電荷の輸送を阻害しない範囲、及び結晶化しない範囲で、種々の割合で配合することができるが、光照射により電荷発生層で生じた電荷が容易に輸送できるように、電荷輸送剤の添加量を、結着樹脂100重量部に対して10～500重量部の範囲内の値とすることが好ましく、25～200重量部の範囲内の値とすることがより好ましい。

【0131】

なお、電荷輸送剤の添加量とは、電子輸送剤の添加量と正孔輸送剤の添加量の合計を示しており、電子輸送剤または正孔輸送剤のどちらかのみが添加されている場合は、添加されている電荷輸送剤のみの添加量を示す。

10

(4) 製造方法

電荷発生層、電荷輸送層、及び中間層等の製造方法は、それぞれ結着樹脂、及びその他の添加物を適当な分散媒とともに、公知の方法を用いて分散混合して感光層用塗布液を調製し、次に、それぞれ公知の手段で塗布、及び乾燥すればよい。

【0132】

[第2の実施形態]

以下、本発明の画像形成装置及びそれを用いた画像形成方法について、各構成要件に分けて説明する。

1. 基本的構成及び画像形成方法

20

第1の実施形態における画像形成装置の基本的構成として、図3に示すような複写機30を挙げることができる。かかる複写機30は、画像形成ユニット31、排紙ユニット32、画像読取ユニット33、及び原稿給送ユニット34を備えている。また、画像形成ユニット31には、画像形成部31a及び給紙部31bがさらに備えられている。

【0133】

したがって、図示された例では、原稿給送ユニット34は、原稿載置トレイ34a、原稿給送機構34b、及び原稿排出トレイ34cを有しており、原稿載置トレイ34a上に載置された原稿は、原稿給送機構34bによって画像読取位置Pに送られた後、原稿排出トレイ34cに排出される。

【0134】

30

そして、原稿が原稿読取位置Pに送られた段階で、画像読取ユニット33において、光源33aからの光を利用して、原稿上の画像が読み取られる。すなわち、CCD等の光学素子33bを用いて、原稿上の画像に対応した画像信号が形成される。

【0135】

一方、給紙部31bに積載された記録用紙(以下、単に用紙と呼ぶ。)Sは、一枚ずつ画像形成部31aに送られる。この画像形成部31aには、像担持体である感光体ドラム41が備えられており、さらに、この感光体ドラム41の周囲には、帯電器42、露光器43、現像器44、及び転写ローラ45が、感光体ドラム41の回転方向に沿って配置されている。

【0136】

40

また、これらの構成部品のうち、感光体ドラム41は、図中、実線矢印で示す方向に回転駆動されて、帯電器42により、その表面が均一に帯電される。その後、前述の画像信号に基づいて、露光器43により感光体ドラム41に対して露光プロセスが実施され、この感光体ドラム41の表面において静電潜像が形成される。

【0137】

この静電潜像に基づき、現像器44によりトナーを付着させて現像し、感光体ドラム41の表面にトナー像を形成する。そして、このトナー像は、感光体ドラム41と転写ローラ45とのニップ部に搬送される用紙Sに転写像として転写される。次いで、転写像が転写された用紙Sは、定着ユニット47に搬送されて、定着プロセスが行われる。

【0138】

50

また、定着後の用紙Sは、排紙ユニット32に送られることになるが、後処理（例えば、ステイブル処理等）を行う際には、用紙Sは中間トレイ32aに送られた後、後処理が行われる。その後、用紙Sは、画像形成装置の側面に設けられた排出トレイ部（図示せず）に排出される。一方、後処理を行わない場合には、用紙Sは中間トレイ32aの下側に設けられた排紙トレイ32bに排紙される。なお、中間トレイ32a及び排紙トレイ32bは、いわゆる胴内排紙部として構成されている。

【0139】

また、第2の実施形態の画像形成装置において、現像工程が現像同時クリーニング方式であることが好ましい。すなわち、現像同時クリーニング方式とは、図4に示すように、クリーニング装置を省略して、転写後の感光体上の転写残りトナーを感光体の現像工程において、現像工程手段である現像装置に回収させるとともに再使用する、クリーナーレスシステムの転写方式画像形成装置のことである。

10

【0140】

通常、このようなクリーナーレスシステムの画像形成装置であれば、紙粉及びシリカ等を完全に回収することが難しく、感光体に紙粉及びシリカの付着が比較的多くなる場合があり、黒点及び黒筋が発生しやすいという問題が生じやすくなる。しかしながら、本発明の画像形成装置によれば、所定のチタニルフタロシアニン結晶を有する電子写真感光体を搭載しているため、現像工程が現像同時クリーニング方式であっても、黒点の発生を効果的に防ぐことができる。したがって、小型化、軽量化、低コスト化等を可能にする、画像形成装置を提供することができる。

20

2. プロセススピード

また、上述した電子写真感光体におけるプロセススピードを100~250mm/secの範囲内の値とすることが好ましい。

【0141】

この理由は、かかる感光体におけるプロセススピードを100~250mm/secの範囲内の値とすることによって、画像形成を高速で行うことができ、画像形成効率を高めることができるためである。そして、一方で、感光層における電荷発生剤としてのチタニルフタロシアニン結晶の分散性が良好であるため、繰り返し使用した場合であっても、感光体における感度及び帯電性を良好な状態で保持することができるためである。

【0142】

すなわち、かかる感光体におけるプロセススピードを100mm/sec以上の値とすることによって、感光体において前周回において露光された部分において発生した電荷を、より速やかに輸送する必要が生じる。

30

【0143】

しかしながら、本発明においては、感光層における電荷発生剤としてのチタニルフタロシアニン結晶の分散性が良好であるため、チタニルフタロシアニン結晶全体としての表面積が増加する。つまり、チタニルフタロシアニン結晶と電荷輸送剤との接触率が向上し、電荷の輸送が効率的となる。

【0144】

よって、発生した電荷を速やかに輸送することができるため、感光体におけるプロセススピードが100mm/sec以上であっても十分に対応できる感度を保持することができるのである。

40

【0145】

また、帯電性に関しても、感光層において、チタニルフタロシアニン結晶と電荷輸送剤との接触率が向上するため、露光時に発生した電荷が感光層に残留するのを効果的に抑制することができる。

【0146】

一方、かかる感光体におけるプロセススピードを250mm/secを超えた値とすると、電荷の輸送が間に合わなかったり、ドラム回転数が過度に大きいために画像形成装置の寿命を短縮させたりする可能性があるためである。

50

【0147】

したがって、かかる感光体におけるプロセススピードを120～180mm/secの範囲内の値とすることがより好ましく、140～160mm/secの範囲内の値とすることがさらに好ましい。

3. 除電手段

本発明としての画像形成装置を構成する除電手段としては、従来公知の除電手段を用いることができる。例えば、除電ランプ、除電チャージャ等が用いられ、それぞれ露光光源、帯電手段等で使用されるものが利用できる。

【0148】

一方で、本発明の画像形成装置を構成するにあたり、上述したような除電手段を省略した除電レスタイプであることも好ましい。

10

【0149】

この理由は、除電手段を省略した除電レスタイプを採用することにより、画像形成装置を小型化することができるとともに、部品点数を減らしてコストダウンを図ることができるためである。そして、一方で、本発明においては、既に電荷発生剤の項において記載したように、感光層における電荷発生剤としてのチタニルフタロシアニン結晶の分散性が良好であるため、露光メモリの発生を効果的に抑制することができるためである。

【0150】

さらに、除電手段を省略した除電レスタイプを採用することの利点として、感光体における帯電電位や感度の繰り返し特性が向上することが挙げられる。

20

【0151】

すなわち、除電手段として除電ランプを用いた場合、除電工程によっても、感光層において電位の減衰が生じるため、感光層部に空間電荷が生じ、帯電電位やにおける繰り返し特性が変化して一定の画像を形成することが困難となる場合があるためである。

【0152】

よって、本発明においては、除電手段を省略した除電レスタイプであっても露光メモリを効果的に抑制することができるため、画像形成装置の小型化、及びコストダウンが図れるのみならず、除電手段に起因する繰り返し特性の低下についても改善することができる。

4. クリーニング手段

30

本発明としての画像形成装置を構成するクリーニング手段としては、従来公知のクリーニング手段を用いることができる。例えば、ウレタンゴムなどの弾性材料からなる板状のクリーニングブレードのエッジを、電子写真感光体に圧接させて残留トナーを掻取るようなものが挙げられる。また、クリーニング部材をブレードとローラとで構成し、当該ローラとして、その表面に研磨剤を有する研磨剤付ローラ等が挙げられる。

【0153】

一方で、本発明の画像形成装置を構成するにあたり、上述したような独立したクリーニング手段ではなく、現像手段の一部として構成された現像同時クリーニング方式であることも好ましい。

【0154】

40

この理由は、クリーニング手段を現像同時クリーニング方式にすることによって、画像形成装置を小型化することができるとともに、部品点数を減らして、よりコストダウンを図ることができるためである。そして、一方で、本発明においては、上述した電荷発生剤の項において記載したように、感光層における電荷発生剤としてのチタニルフタロシアニン結晶の分散性が良好であるため、感光層における残留電荷が少なく、感光体表面に対して残留トナーが強固に付着することを抑制できるためである。

【0155】

さらに、現像同時クリーニング方式を採用して、クリーニング工程を簡略化することによって、従来のクリーニングブレードを用いたクリーニング方式における問題点を改善することができるためである。なお、かかる問題点とは、感光体表面に対する、トナー成分

50

等のフィルミング、感光体表面に対するクリーニングブレードの密着性の低下と、それに起因するリーニング不良、及び感光体における静電的安定性や耐久性への悪影響等が挙げられる。

【0156】

よって、本発明においては、クリーニング手段が現像同時クリーニング方式であっても、残留トナーが強固に感光体表面に対して付着することを抑制することができるため、画像形成装置の小型化、及びコストダウンが図れるのみならず、従来のクリーニング手段に起因するフィルミング等についても改善することができる。

5. 転写手段

また、本発明の画像形成装置を構成する転写手段が、電子写真感光体に対して接触配置されていることが好ましい。この理由は、チャージャ等を用いる非接触方式の転写手段を用いた場合と比較して、転写電流を低く抑えることができるのみならず、オゾン発生量を抑えることもできるためである。そして、一方で、本発明においては、既に電荷発生剤の項において記載したように、感光層における電荷発生剤としてのチタニルフタロシアニン結晶の分散性が良好であるため、転写時における感光体への電流のリークを効果的に抑制し、黒筋及び黒点等の発生を防止することができるためである。

【0157】

すなわち、第1の実施形態において記載したように、黒筋及び黒点の発生は、転写時における感光体への電流のリークによって生じるが、かかる感光体への電流のリークは、非接触方式の転写手段を用いた場合よりも、接触方式の転写手段を用いた場合の方が生じやすい。しかしながら、本発明においては感光層におけるチタニルフタロシアニン結晶の分散性が良好であるため、かかる接触方式の転写手段を用いても、黒筋及び黒点等の発生を抑制して、良質な画像を形成することができるのである。

【実施例】

【0158】

以下、実施例に基づいて、本発明を詳細に説明する。

(合成例1) チタニルフタロシアニン結晶の製造

(1) チタニルフタロシアニンAの製造

アルゴン置換したフラスコ中に、o-フタロニトリル22g(0.17モル)と、チタニテトラブトキシド25g(0.073モル)と、尿素2.28g(0.038モル)とキノリン300gとを加え、攪拌しつつ150℃まで昇温した。次に、反応系から発生する蒸気を系外へ留去しながら215℃まで昇温した後、この反応温度を維持しつつさらに2時間、攪拌して反応させた。

【0159】

反応終了後、150℃まで冷却した時点で反応混合物をフラスコから取り出し、ガラスフィルターによってろ別し、得られた固体をN,N-ジメチルホルムアミド、およびメタノールで順次洗浄したのち真空乾燥して、青紫色の固体24gを得た。

(2) チタニルフタロシアニン結晶Aの製造

(2)-1 酸処理前工程

上述したチタニルフタロシアニン化合物の製造で得られた青紫色の固体10gを、N,N-ジメチルホルムアミド100ミリリットル中に加え、攪拌しつつ130℃に加熱して2時間、攪拌処理を行った。次に、2時間経過した時点で加熱を停止し、23±1℃まで冷却した後、攪拌を停止し、この状態で12時間、液を静置して安定化処理を行った。次いで、安定化された液をガラスフィルターによってろ別し、得られた固体をメタノールで洗浄した後、真空乾燥して、チタニルフタロシアニン化合物の粗結晶9.83gを得た。

(2)-2 酸処理工程

上述した酸処理前工程で得られたチタニルフタロシアニンの粗結晶5gを、濃硫酸100ミリリットルに加えて溶解した。次に、この溶液を、氷冷下の水中に滴下したのち室温で15分間攪拌し、さらに23±1℃付近で30分間、静置して再結晶させた。次に、上述した液をガラスフィルターによって濾別し、得られた固体を洗浄液が中性になるまで水

10

20

30

40

50

洗した後、乾燥させずに水が存在した状態で、クロロベンゼン 200 ミリリットル中に分散させて 50 に加熱して 10 時間攪拌した。次いで、液をガラスフィルターによって濾別したのち、得られた固体を 50 で 5 時間、真空乾燥させて、式 (3) で表される無置換のチタニルフタロシアニンの結晶 (青色粉末) 4.1 g を得た。

(3) 光学特性及び熱特性

(3) - 1 CuK 特性 X 線回折スペクトル測定

また、得られた、製造後 60 分以内のチタニルフタロシアニン 0.3 g を、テトラヒドロフラン 5 g 中に分散させ、温度 23 ± 1 、相対湿度 50 ~ 60 % RH の条件下、密閉系中で 7 日間、保管した後、X 線回折装置 (理学電機 (株) 製の RINT1100) のサンプルホルダーに充填して測定を行った。なお、得られた結果は図 5 に示す。

10

【0160】

なお、測定条件は、初期測定、再測定ともに下記の通りとした。

X 線管球 : Cu

管電圧 : 40 kV

管電流 : 30 mA

スタート角度 : 3.0°

ストップ角度 : 40.0°

走査速度 : 10° / 分

(3) - 2 示差走査熱量分析

また、示差走査熱量計 (理学電機 (株) 製の TAS-200 型、DSC8230D) を用いて、得られたチタニルフタロシアニン結晶の示差走査熱量分析を行った。測定条件は下記の通りである。

20

【0161】

なお、図 6 に、得られた示差走査熱量分析チャートを示すが、296 において 1 つのピークが観察された。

サンプルパン : アルミニウム製

昇温速度 : 20 / 分

(4) チタニルフタロシアニン結晶 B の製造

チタニルフタロシアニン化合物を製造する際に尿素を用いなかったほかは、チタニルフタロシアニン結晶 A と同様にチタニルフタロシアニン結晶を製造した。得られた結果は図 7、及び図 8 に示す。

30

実施例 1

得られたチタニルフタロシアニン結晶 4 重量部を、式 (8) で表される正孔輸送剤 (HTM-1) 50 重量部と、式 (4) で表される電子輸送剤 (ETM-A) 30 重量部と、結着樹脂である粘度平均分子量が 30,000 であるポリカーボネート樹脂 (Resin-A) 100 重量部とを、800 重量部のテトラヒドロフランとともに、ボールミルを用いて 50 時間混合、分散させて感光層用の塗布液を製造した。

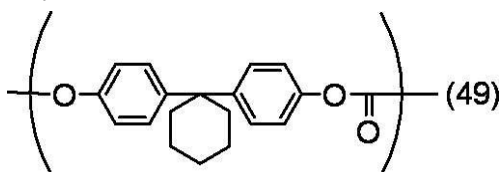
【0162】

次いで、この感光層用塗布液を、基体としての直径 30 mm、全長 254 mm のアルミニウム製のドラム状支持体に対し、ディップコート法にて塗布した。その後、100 で、40 分間熱処理して、膜厚 25 μm の単層型感光層を有する電子写真感光体を作製した。

40

【0163】

【化 23】



Resin-A

50

【0164】

また、製造直後の単層型感光層用の感光層用塗布液を用いて形成した感光層の感度を以下の条件下で測定した。

【0165】

すなわち、常温常湿下（温度：20、湿度：60%）にて、作製した電子写真感光体を、ドラム感度試験機を用いて、コロナ放電により、表面電位+850Vに帯電させた。

【0166】

次いで、バンドパスフィルターを用いて波長780nm、半値幅20nmに単色化した光を $0.5 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ の光強度で40msec感光体表面に照射した。露光開始から0.1秒後の表面電位を感度として測定し、下記の基準に沿って評価した。得られた結果を表3に示す。

：感度が120V未満である。

：感度が120V以上150V未満である。

×：感度が150V以上である。

また、得られた電子写真感光体を、温度20湿度60%の条件下でオレイン酸トリグリセリドに120分間浸漬させた後、感光体表面に発生したクラックを計測し、クラック成長速度（mm/min）として評価した。

【0167】

すなわち、光学顕微鏡を用いて感光層表面を観察し、発生したクラック長さの総和（mm）を、浸漬時間120（min）で割ることによって得られた値をクラック成長速度とし、下記基準に準じて評価した。得られた結果を表1に示す。

：クラック成長速度が、2（mm/min）未満の値である。

：クラック成長速度が、2～4（mm/min）未満の値である。

：クラック成長速度が、4～6（mm/min）未満の値である。

×：クラック成長速度が、6（mm/min）以上の値である。

実施例2～13

正孔輸送剤と電子輸送剤を表1に示す組み合わせとした以外は、実施例1と同様に行った。

【0168】

比較例1～7

実施例1～3におけるチタニルフタロシアニンAをチタニルフタロシアニンBに変えた以外は実施例1～3と同様に行った。

【0169】

比較例8～9

実施例1における正孔輸送剤を下記式（17）または（18）で表されるHTM-10またはHTM-11に変えた以外は実施例1と同様に行った。

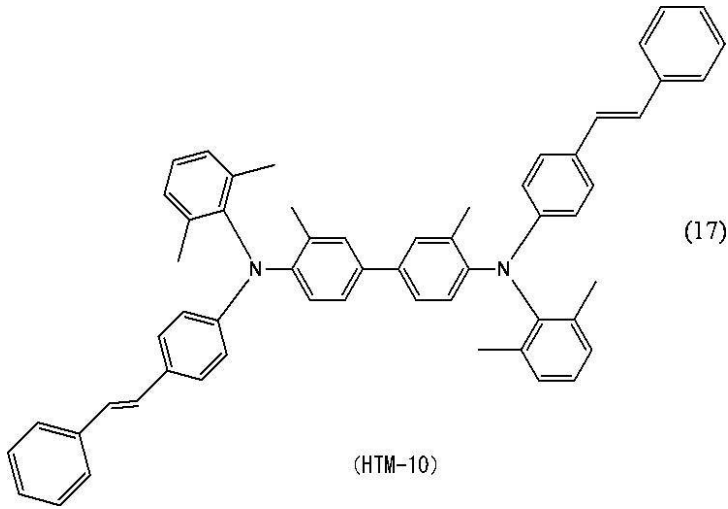
【0170】

10

20

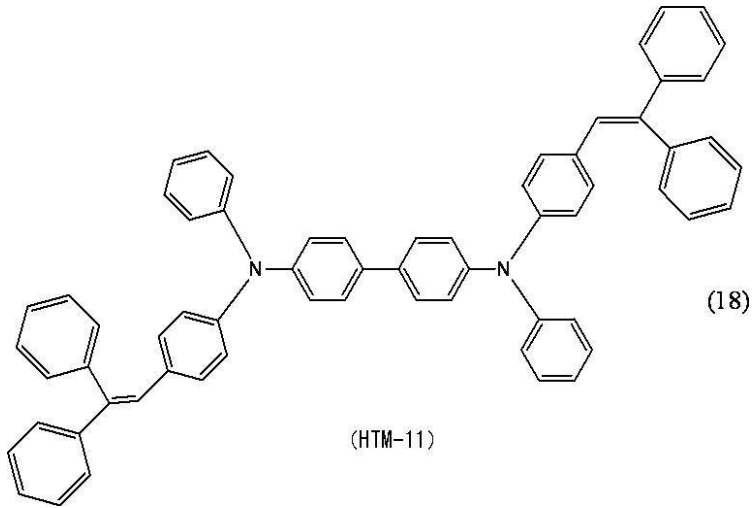
30

【化24】



【0171】

【化25】



【0172】

10

20

30

【表 1】

	電荷発生剤	正孔輸送剤	電子輸送剤	感度(V)		クラック長		総合評価
実施例1	チタニルフタロシアンA	HTM-1	ETM-A	139	○	2.45	○	○
実施例2	チタニルフタロシアンA	HTM-2	ETM-A	146	○	3.56	○	○
実施例3	チタニルフタロシアンA	HTM-3	ETM-A	123	○	2.71	○	○
実施例4	チタニルフタロシアンA	HTM-4	ETM-A	121	○	0.10	⊗	○
実施例5	チタニルフタロシアンA	HTM-5	ETM-A	114	⊗	3.96	○	○
実施例6	チタニルフタロシアンA	HTM-6	ETM-A	118	⊗	3.94	○	○
実施例7	チタニルフタロシアンA	HTM-7	ETM-A	115	⊗	2.78	○	○
実施例8	チタニルフタロシアンA	HTM-8	ETM-A	118	⊗	3.50	○	○
実施例9	チタニルフタロシアンA	HTM-9	ETM-A	127	○	3.68	○	○
実施例10	チタニルフタロシアンA	HTM-1	ETM-C	119	⊗	2.61	○	○
実施例11	チタニルフタロシアンA	HTM-4	ETM-C	109	⊗	0.19	⊗	⊗
実施例12	チタニルフタロシアンA	HTM-7	ETM-C	103	⊗	3.11	○	○
実施例13	チタニルフタロシアンA	HTM-9	ETM-C	111	⊗	3.92	○	○
比較例1	チタニルフタロシアンB	HTM-1	ETM-A	177	×	3.12	○	×
比較例2	チタニルフタロシアンB	HTM-2	ETM-A	188	×	3.50	○	×
比較例3	チタニルフタロシアンB	HTM-3	ETM-A	162	×	2.23	○	×
比較例4	チタニルフタロシアンB	HTM-4	ETM-A	162	×	0.43	⊗	×
比較例5	チタニルフタロシアンB	HTM-5	ETM-A	151	×	4.14	△	×
比較例6	チタニルフタロシアンB	HTM-6	ETM-A	158	×	4.02	△	×
比較例7	チタニルフタロシアンB	HTM-7	ETM-A	154	×	2.80	○	×
比較例8	チタニルフタロシアンA	HTM-10	ETM-C	124	○	9.22	×	×
比較例9	チタニルフタロシアンA	HTM-11	ETM-C	133	○	8.25	×	×

10

【産業上の利用可能性】

20

【0173】

本発明にかかる電子写真感光体によれば、本発明の電荷発生材料がチタニルフタロシアン結晶であり、該チタニルフタロシアン結晶が、CuK 特性X線回折スペクトルにおいて、所定のブラッグ角をピークが有するとともに、示差走査熱量分析において、所定温度範囲内に、1つのピークを有するように制御することによって、有機溶媒中での貯蔵安定性を従来のチタニルフタロシアン結晶と比較して、十分に向上させられるようになった。

さらに正孔輸送剤として、特定の化合物を用いたので、チタニルフタロシアニンの分散性が向上し、さらには、耐クラック性も良好となった。

【0174】

30

したがって、このように製造されたチタニルフタロシアン結晶を用いた電子写真感光体および複写機やプリンター等の各種画像形成装置は、良好な電気特性や画像特性の向上のみならず、製造管理を容易にし、さらには経済的效果に著しく寄与することが期待される。

【図面の簡単な説明】

【0175】

【図1】(a)~(c)は、単層型感光体の構成を説明するために供する図である。

【図2】(a)~(c)は、積層型感光体の構成を説明するために供する図である。

【図3】本発明の画像形成装置を説明するために供する図である。

【図4】本発明の画像形成装置を説明するために供する図である。

40

【図5】実施例1等で用いたチタニルフタロシアン結晶(テトラヒドロフラン中で、7日間貯蔵後)のCuK 特性X線回折スペクトルである。

【図6】実施例1等で用いたチタニルフタロシアン結晶における示差走査熱量分析チャートである。

【図7】比較例1等で用いたチタニルフタロシアン結晶(テトラヒドロフラン中で、7日間貯蔵後)のCuK 特性X線回折スペクトルである。

【図8】比較例1等で用いたチタニルフタロシアン結晶における示差走査熱量分析チャートである。

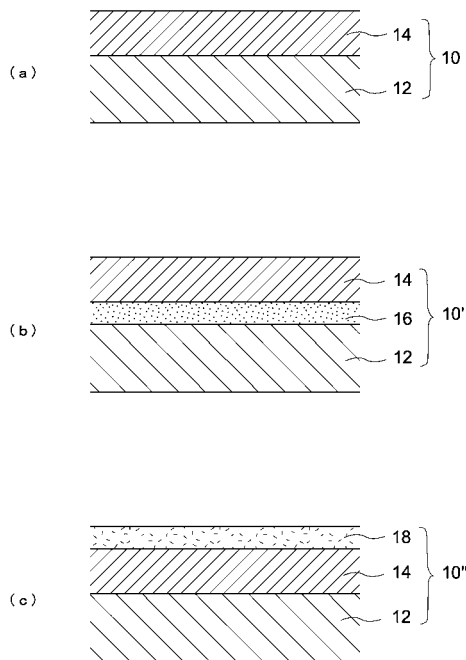
【符号の説明】

【0176】

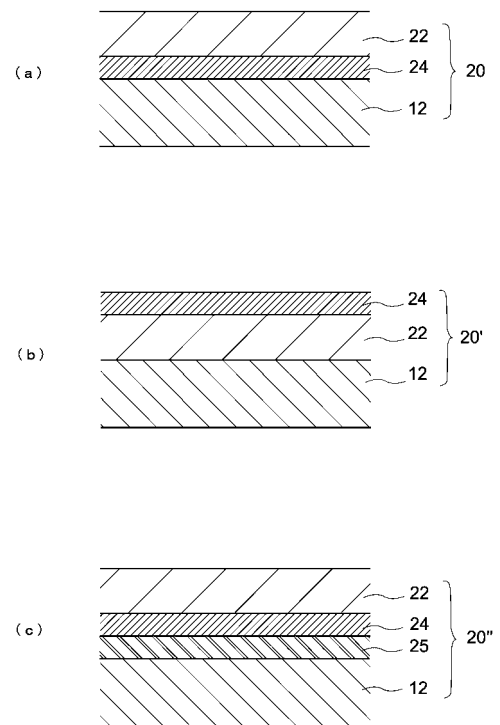
50

- 10 : 単層型感光体
- 10' : 単層型感光体
- 10'' : 単層型感光体
- 12 : 導電性基体
- 14 : 感光層
- 16 : バリア層
- 18 : 保護層
- 20 : 積層型感光体
- 20' : 積層型感光体
- 20'' : 積層型感光体
- 22 : 電荷輸送層
- 24 : 電荷発生層
- 25 : 中間層

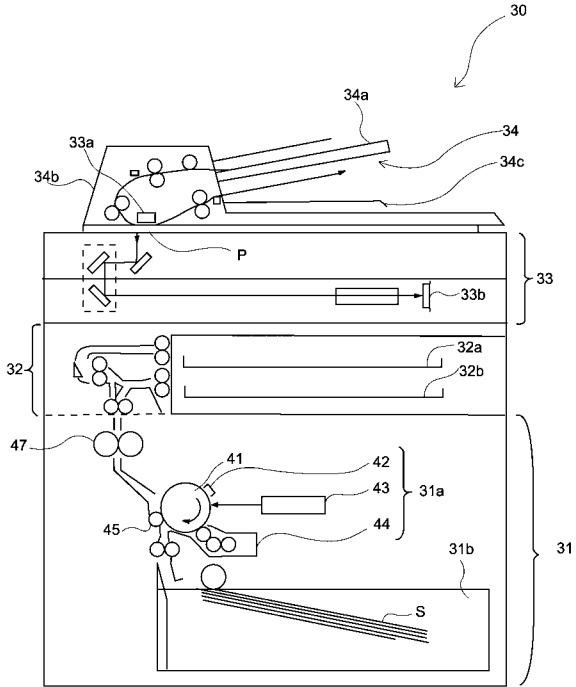
【図1】



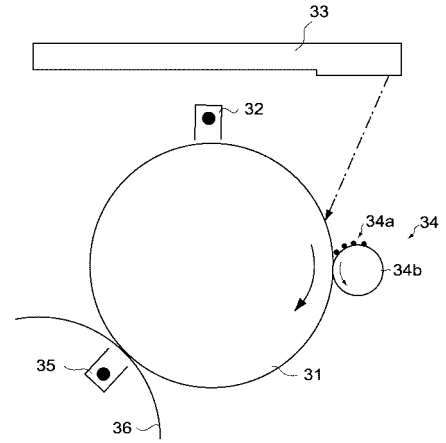
【図2】



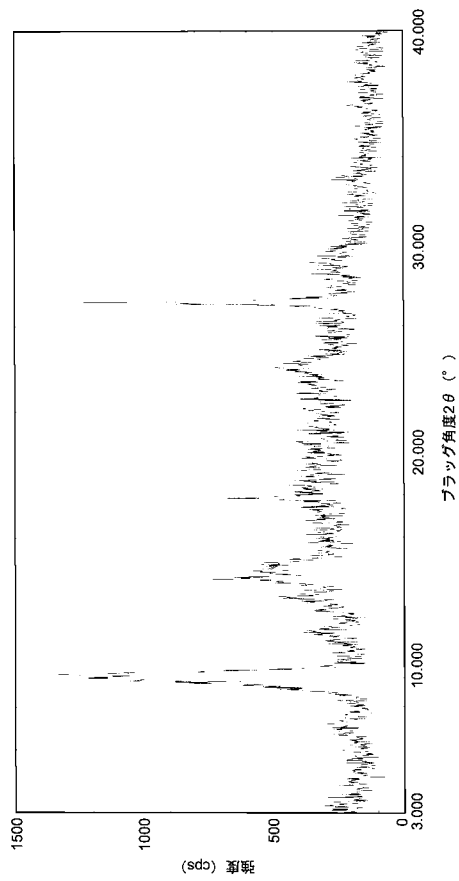
【図3】



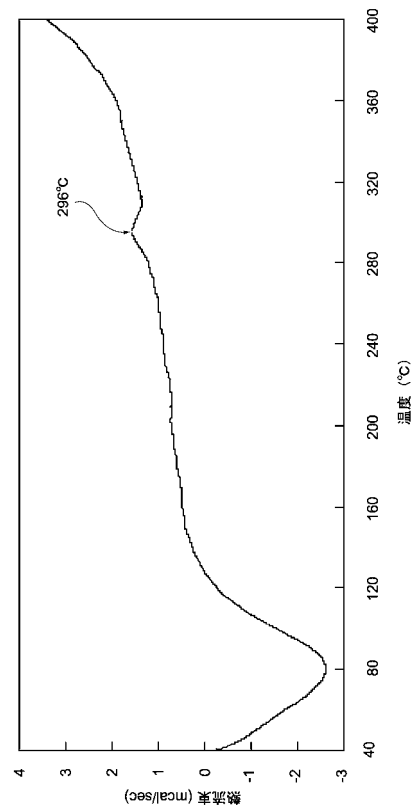
【図4】



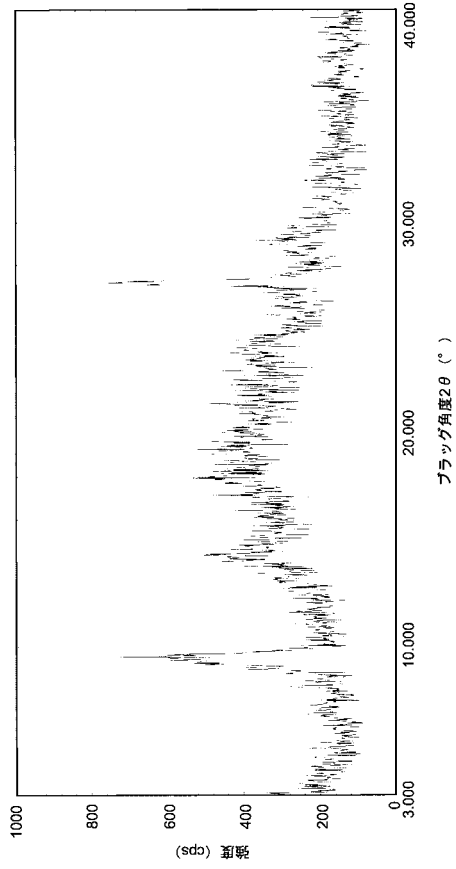
【図5】



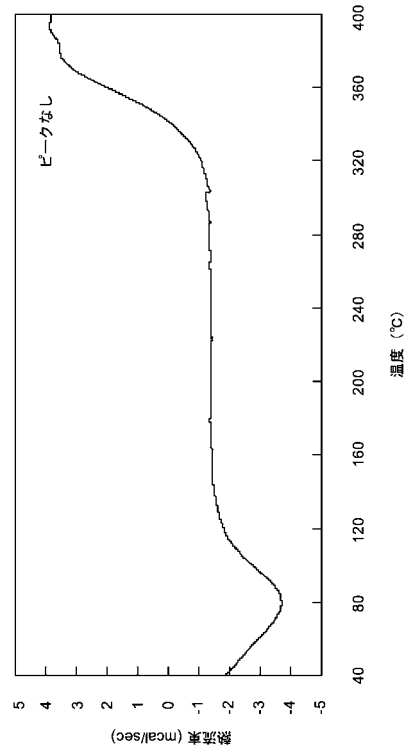
【図6】



【 図 7 】



【 図 8 】



フロントページの続き

審査官 石附 直弥

(56)参考文献 特開平04 - 221962 (JP, A)
特開2004 - 145284 (JP, A)
特開平04 - 356053 (JP, A)

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