

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5389348号
(P5389348)

(45) 発行日 平成26年1月15日 (2014. 1. 15)

(24) 登録日 平成25年10月18日 (2013. 10. 18)

(51) Int. Cl.

F I

G 0 3 G 5 / 1 4 7 (2006. 01)

G 0 3 G 5 / 1 4 7 5 0 4

G 0 3 G 5 / 0 5 (2006. 01)

G 0 3 G 5 / 0 5 1 0 4 B

G 0 3 G 5 / 1 4 7 5 0 2

請求項の数 5 (全 36 頁)

(21) 出願番号 特願2007-289903 (P2007-289903)
 (22) 出願日 平成19年11月7日 (2007. 11. 7)
 (65) 公開番号 特開2008-116966 (P2008-116966A)
 (43) 公開日 平成20年5月22日 (2008. 5. 22)
 審査請求日 平成22年10月7日 (2010. 10. 7)
 (31) 優先権主張番号 11/593657
 (32) 優先日 平成18年11月7日 (2006. 11. 7)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 596170170
 ゼロックス コーポレイション
 XEROX CORPORATION
 アメリカ合衆国、コネチカット州 068
 56、ノーウォーク、ビーオーボックス
 4505、グローバー・アヴェニュー 4
 5
 (74) 代理人 100079049
 弁理士 中島 淳
 (74) 代理人 100084995
 弁理士 加藤 和詳
 (72) 発明者 ジョン エフ. ヤヌス
 アメリカ合衆国 14580 ニューヨー
 ク州 ウェブスター リトル バードフィ
 ールド ロード 924

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 チオホスフェート含有電荷輸送層を有するオーバーコートされた光伝導体

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

支持基材、電荷発生層、少なくとも1つの電荷輸送層、および前記電荷輸送層と接触し
 且つそれに連続したオーバーコート層を有する画像形成部材であって、

少なくとも1つの電荷輸送層が少なくとも1つの電荷輸送成分および少なくとも1つの
 チオホスフェートを含有し、

前記オーバーコート層がアクリル化ポリオール、ポリアルキレングリコール、架橋剤、
 および電荷輸送成分を含有することを特徴とする、

画像形成部材。

【請求項 2】

前記アクリル化ポリオールは 10 から 20, 000 のヒドロキシル価を有し、

前記アクリル化ポリオール、前記ポリアルキレングリコール、前記架橋剤、および前記
 電荷輸送成分が酸触媒の存在下で反応して架橋ポリマーネットワークを形成している、

請求項 1 に記載の画像形成部材。

【請求項 3】

前記ポリアルキレングリコールがポリプロピレングリコールであり、

前記アクリル化ポリオールと前記ポリプロピレングリコールの重量比が 2 : 8 から 8 :
 2 であり、

前記アクリル化ポリオール、前記ポリプロピレングリコール、前記架橋剤、および前記
 電荷輸送成分が前記触媒の存在下で反応して、前記アクリル化ポリオール、前記ポリプロ

10

20

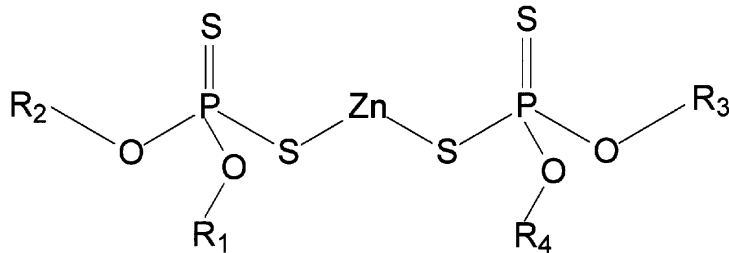
ピレングリコール、前記架橋剤、前記触媒、および前記電荷輸送成分を含有する架橋ポリマーネットワークが形成されている、

請求項 2 に記載の画像形成部材。

【請求項 4】

前記チオホスフェートが

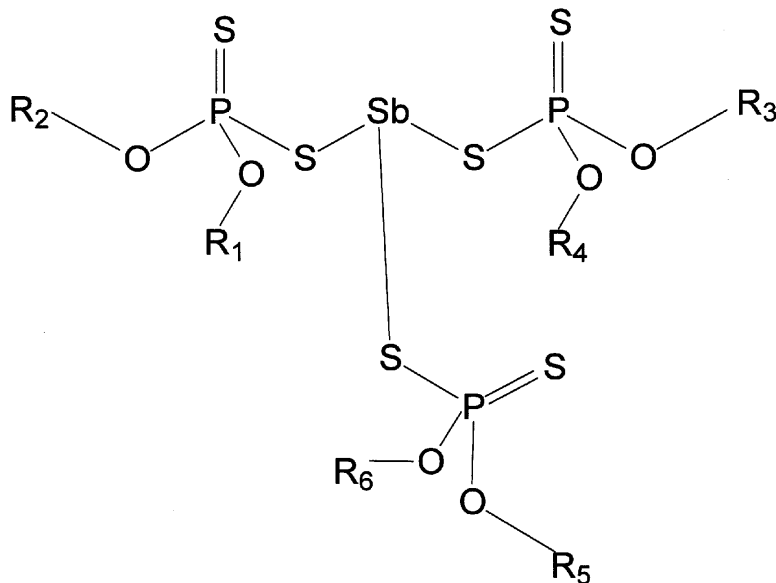
【化 1】



10

および／または

【化 2】



20

30

である、請求項 1 に記載の画像形成部材。

(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 および R_6 は、各々、独立して水素原子、アルキル、シクロアルキル、アリール、アルキルアリール、もしくはアリールアルキル、またはその混合を表す。)

【請求項 5】

前記チオホスフェートがジアルキルジチオリン酸亜鉛である、請求項 1 ～ 4 のいずれか一項に記載の画像形成部材。

【発明の詳細な説明】

40

【技術分野】

【0001】

本開示は、全般的には、層状画像形成部材、感光体、光伝導体等に関する。さらに詳しくは、本開示は、基材等の必要に応じて用いられる支持媒体、チオホスフェート含有電荷発生層、またはジアルキルジチオリン酸亜鉛 (ZDDP) 等のチオホスフェートを含有する電荷輸送層 (第一の電荷輸送層および第二の電荷輸送層等の複数の電荷輸送層を含む)、必要に応じて設けられる接着層、必要に応じて設けられる正孔ブロックまたはアンダーコート層、およびオーバーコート層を有する多層でフレキシブルなベルト画像形成部材またはデバイスに関する。必要に応じて、電荷輸送層の少なくとも 1 つは、少なくとも 1 つの電荷輸送成分、ポリマーまたは樹脂バインダー、ジアルキルジチオホスフェート、およ

50

び必要に応じて抗酸化剤を含有する。さらに、電荷輸送層の少なくとも1つはジアルキルジチオホスフェートを含まなくてもよく、ある実施形態においては、電荷発生層はジアルキルジチオホスフェートを含有し、電荷輸送層はジアルキルジチオホスフェートを含まず、ある実施形態においては、電荷輸送層はジアルキルチオホスフェートを含有し、電荷発生層はジアルキルジチオホスフェートを含有しない。

【背景技術】

【0002】

特許文献1には、支持基材、正孔ブロック層、架橋電荷発生層、および電荷輸送層を有する光伝導性画像形成部材であって、該電荷発生層が電荷発生成分、塩化ビニル、アリルグリシジルエーテル、ヒドロキシ含有ポリマーを含有する光伝導性画像形成部材が開示されている。

10

【0003】

特許文献2には、正孔ブロック層、電荷発生層、および電荷輸送層を有する光伝導性画像形成部材であって、該正孔ブロック層が金属酸化物、および2以上のフェノール基を含むフェノール性化合物とフェノール樹脂との混合物を含有する光伝導性画像形成部材が開示されている。

【特許文献1】米国特許第7, 037, 631号

【特許文献2】米国特許第6, 913, 863号

【発明の開示】

【課題を解決するための手段】

20

【0004】

本開示は、以下の(1)～(5)を提供する。

(1) 必要に応じて用いられる支持基材、電荷発生層、少なくとも1つの電荷輸送層、および前記電荷輸送層と接触し隣接したオーバーコート層を有する画像形成部材であって、少なくとも1つの電荷輸送層が少なくとも1つの電荷輸送成分および少なくとも1つのチオホスフェートを含有し、

前記オーバーコート層がアクリル化ポリオール、ポリアルキレングリコール、架橋成分、および電荷輸送成分を含有することを特徴とする、画像形成部材。

(2) 前記アクリル化ポリオールは約10から約20, 000のヒドロキシル価を有し、前記アクリル化ポリオール、前記ポリアルキレングリコール、前記架橋成分、および前記電荷輸送成分が酸触媒の存在下で反応して架橋ポリマーネットワークを形成している、

30

(1)に記載の画像形成部材。

(3) 前記アクリル化ポリオールと前記ポリプロピレングリコールの重量比が約2:8から約8:2であり、

前記アクリル化ポリオール、前記ポリプロピレングリコール、前記架橋剤、および前記電荷輸送成分が前記触媒の存在下で反応して、前記アクリレートポリオール、前記ポリプロピレングリコール、前記架橋剤、前記触媒、および前記電荷輸送成分を含有する架橋ポリマーネットワークが形成されている、

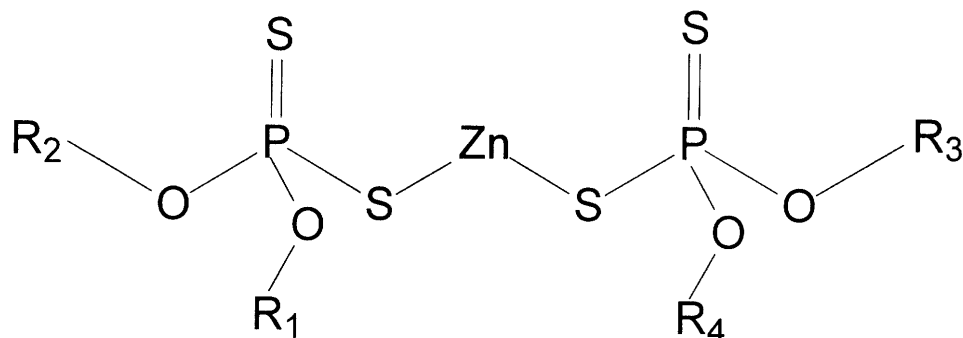
(2)に記載の画像形成部材。

40

(4) 前記チオホスフェートが

【0005】

【化 1】



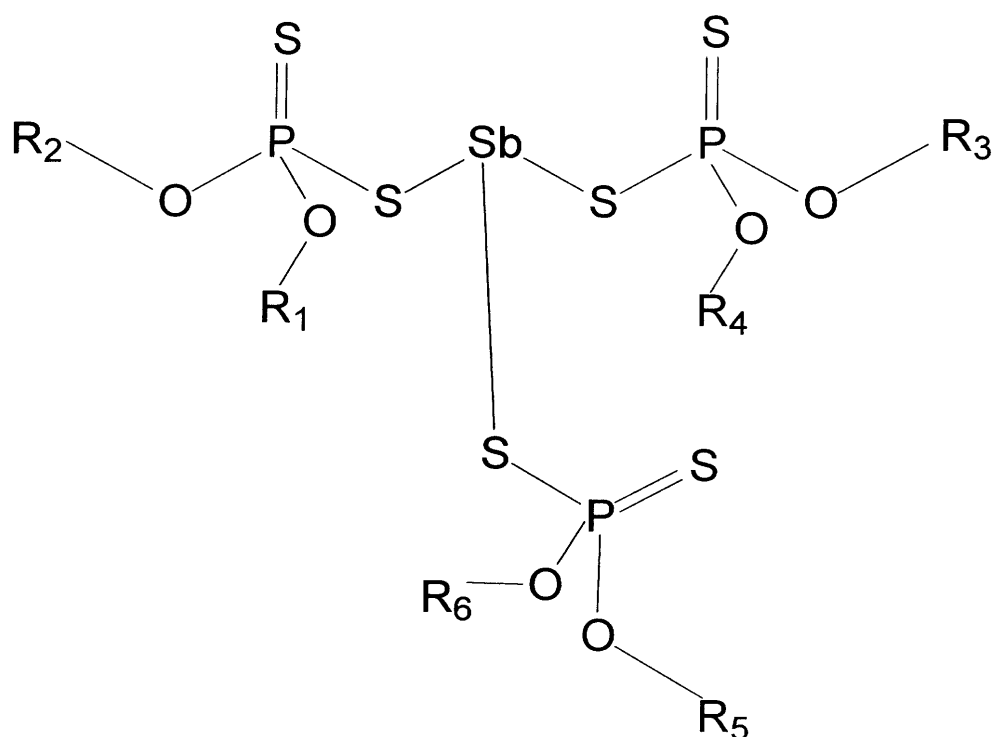
10

【0006】

および／または

【0007】

【化 2】



20

30

【0008】

である、(1)に記載の画像形成部材。

(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 および R_6 は、各々、独立して水素原子、アルキル、シクロアルキル、アリール、アルキルアリール、もしくはアリールアルキル、またはその混合を表す。)

40

(5) 前記アクリル化ポリオールが、

$(-\text{CH}_2-\text{R}_a-\text{CH}_2)_m-(\text{CO}-\text{R}_b-\text{CO})_n-(\text{CH}_2-\text{R}_c-\text{CH}_2)_p-(\text{CO}-\text{R}_d-\text{CO})_q$

で表される、(1)に記載の部材。

(式中、 R_a および R_c は独立して、直鎖アルキル基、直鎖アルコキシ基、分岐アルキル基、および分岐アルコキシ基の少なくとも1つを表し、各アルキルおよびアルコキシ基は約1から約20の炭素原子を含有し、 R_b および R_d は、独立して、アルキルおよびアルコキシのうち少なくとも1つを表し、前記アルキルおよび前記アルコキシは、各々、約1から約20の炭素原子を含有し、 m 、 n 、 p 、および q は、 $n+m+p+q=1$ となるような、0から1のモル分率を表す。)

50

本明細書中で示される感光体は、ある実施形態においては、優れた耐摩耗性および延長された寿命を有し、画像形成部材の擦り傷 (scratches) を排除または最小化する。擦り傷は望ましくない印刷欠陥をもたらすことがあり、例えば、擦り傷は生成された最終印刷上において目に見えてしまう。加えて、ある実施形態においては、本明細書中に開示された画像形成部材は優れた、多くの場合には低い V_r (残存ポテンシャル) を有し、 V_r サイクルアップ (V_r cycle up) の実質的防止 (適切な場合)、高い感度、低い許容できるイメージゴースティング特性 (image ghosting characteristics)、低いバックグラウンドおよび／または最小の電荷欠乏スポット (charge deficient spots: CDS)、および望ましいトナー清浄性を可能にする。より詳細には、本明細書中においては、ある実施形態において、画像形成部材に適切なジアルキルジチオホスフェートを組み込むことが示され、そのジアルキルジチオホスフェートは少なくとも1つの電荷輸送層または電荷発生層に、または少なくとも1つの電荷輸送層および電荷発生層の双方に含ませることができる。少なくとも1つとは、ある実施形態においては、例えば、1、1から約10、2から約7、2から約4、2等を指す。さらに、ある実施形態においては、透明であって電荷輸送層溶液に実質的に可溶であるジアルキルジチオホスフェートを電荷輸送層の少なくとも1つに加えることができ、すなわち、例えば、電荷輸送層溶液に溶解させる代わりに、ジアルキルジチオホスフェートをドーパントとして電荷輸送層に加えることができ、より具体的には、ジアルキルジチオホスフェートは最上部電荷輸送層に加えることができる。同様に、ジアルキルジチオホスフェートを、電荷発生層分散液に含めた後に、この層を基材上に堆積させることができる。

【0009】

また、本開示の範囲内に含まれるのは、本明細書中で示される光応答性または光伝導体デバイスで画像形成および印刷を行う方法である。これらの方法は、一般には、画像形成部材上に静電潜像を形成し、続いて、該画像を、例えば熱可塑性樹脂、顔料等の着色剤、電荷添加剤、および表面添加剤からなるトナー組成物で現像し (米国特許第4,560,635号、4,298,697号および4,338,390号参照)、引き続いて、該画像を適当な基材に転写し、永久的に定着させることを含む。デバイスを印刷モードで使用するべき環境においては、画像形成方法は、露光をレーザーデバイスまたはイメージバーで達成できることを除いては、同一の操作を含む。より具体的には、本明細書中に開示されたフレキシブルベルトは、1分当たり100を超えるコピーをいくつかのバージョンで発生させるゼロックス・コーポレーション (Xerox Corporation) iGEN3 (登録商標) マシン用を選択することができる。画像形成のプロセス、特に、デジタルおよび／またはカラー印刷を含む電子写真式の画像形成および印刷は、従って、本開示に含まれる。画像形成部材は、ある実施形態においては、例えば、約400から約900ナノメートル、特に、約650から約850ナノメートルの波長範囲において感度を有し、従って、ダイオードレーザーを光源として選択することができる。さらに、本開示の画像形成部材は、高分解能カラー電子写真用途、特に高速カラーコピーおよび印刷プロセスにおいて有用である。

【0010】

例えば、約3,500,000画像形成サイクルを超える延長されたサービスの寿命、優れた電子的特性、安定した電気的特性、低いイメージゴースティング、低いバックグラウンドおよび／または最小の電荷欠乏スポット (CDS)、ある種の溶媒の蒸気への暴露に際しての電荷輸送層クラッキング (cracking) に対する耐性、優れた表面特性、改良された耐摩耗性、多数のトナー組成物に対する適合性、画像形成部材の擦り傷を最小化または回避する特性、既知のPIDCs (Photo-induced Discharge Curve: 光誘導放電曲線) の作成によって示されるような多数の画像形成サイクルにわたって実質的に平坦であるかまたは変化がない一定の V_r (残存ポテンシャル)、残存ポテンシャルにおける最小のサイクルアップ、光源に対する光伝導体の露光後において、例えば、約2.6ミリ秒の最小バックグラウンド電圧である許容できるバック

クグラウンド電圧、低い残存電圧を伴う急な P I D C s 等のような本明細書中に示される利点の多くを有する画像形成部材が開示される。

【0011】

また、多数の画像形成サイクルのために、主として光伝導体エージングによって引き起こされる、 V_r サイクルアップの防止がなされた層状フレキシブルベルト感光体、および、得られた画像形成部材が低いバックグラウンドおよび／または最小の C D S を示し、多数の画像形成サイクルのために、主として光伝導体エージングによって引き起こされる、 V_r サイクルアップを防止する層状フレキシブルベルト感光体が開示される。

【発明を実施するための最良の形態】

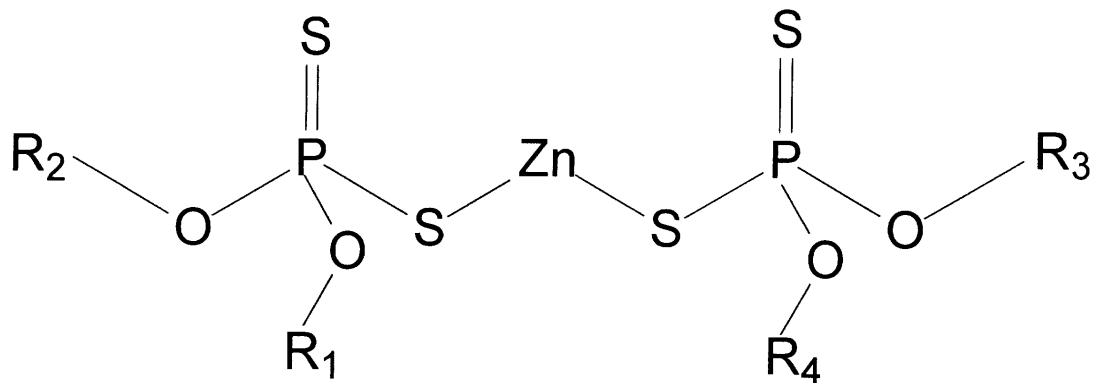
【0012】

10

本開示の態様は、基材、電荷発生層、少なくとも 1 つの電荷輸送成分を含む少なくとも 1 つの電荷輸送層（該少なくとも 1 つの電荷輸送層は正孔輸送分子および少なくとも 1 つのジアルキルジチオホスフェート

【0013】

【化 3】



20

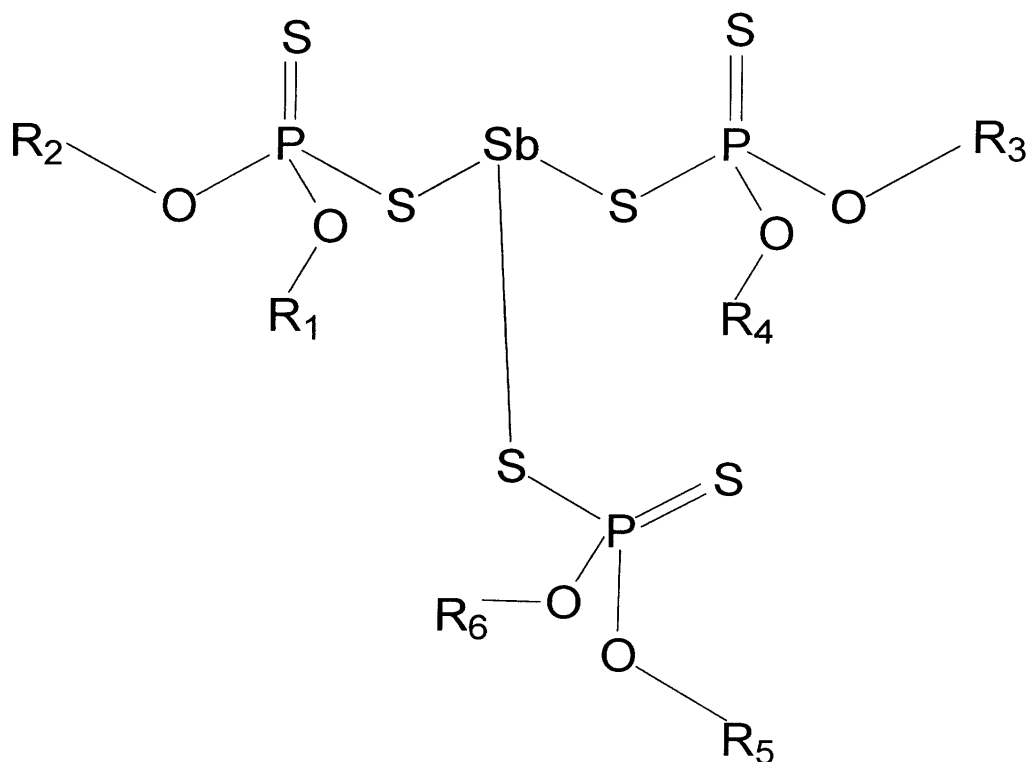
【0014】

および／または

【0015】

30

【化 4】

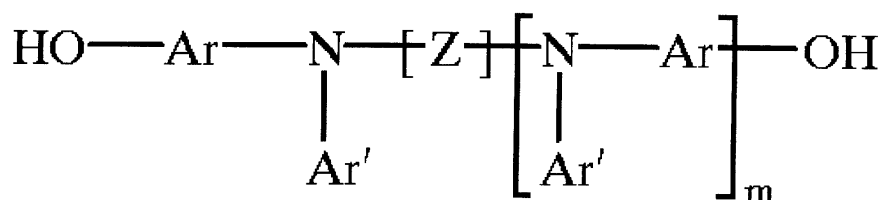


【 0 0 1 6 】

を含み、式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 および R_6 は、各々、独立して、水素原子、および適当な炭化水素のうちの少なくとも1つを表す)、および最上部電荷輸送層に接触し且つそれに連続するオーバーコート層を順に含むフレキシブル光伝導体に関する。該オーバーコート層は、触媒の存在下でのアクリレートポリオール、ポリアルキレングリコール、架橋剤および電荷輸送化合物の反応によって形成され、その結果、該アクリレートポリオール、該グリコール、および電荷輸送化合物を主に含有するポリマーネットワークがもたらされる。画像形成部材において、該オーバーコート層の電荷輸送成分は

【 0 0 1 7 】

【化 5】

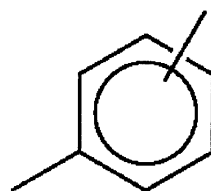
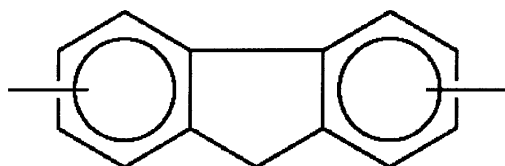
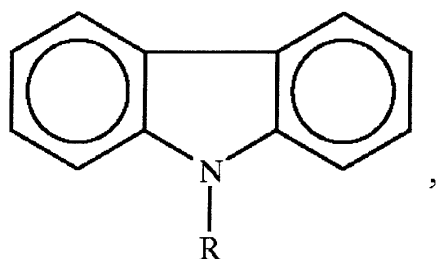


【 0 0 1 8 】

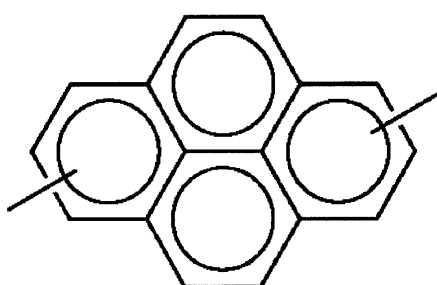
である。 m は0または1である。 Z は

【 0 0 1 9 】

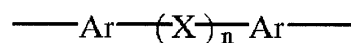
【化 6】



10



および



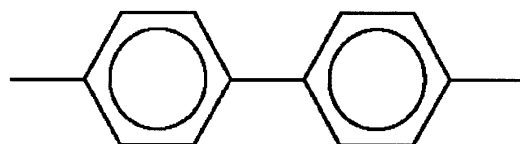
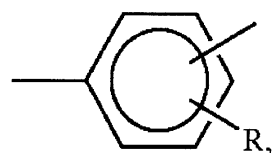
20

【0020】

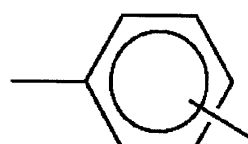
の少なくとも1つからなる群から選択される。nは0または1である。Arは

【0021】

【化 7】



および



30

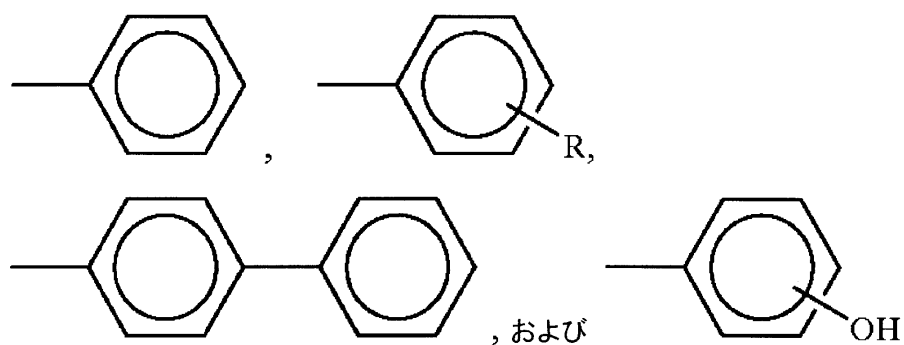
【0022】

のうちの少なくとも1つからなる群から選択される。Rは ---CH_3 、 $\text{---C}_2\text{H}_5$ 、 $\text{---C}_3\text{H}_7$ 、および C_4H_9 のうちの少なくとも1つからなる群から選択される。Ar'は

【0023】

40

【化 8】



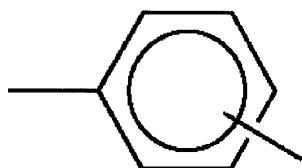
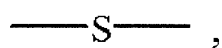
10

【0024】

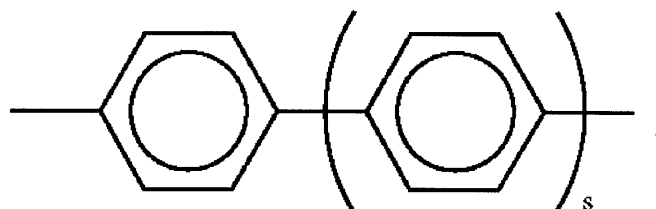
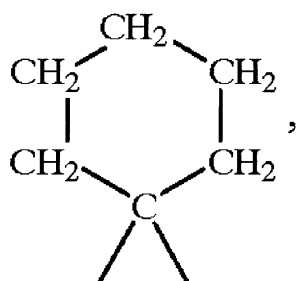
のうちの少なくとも1つからなる群から選択される。Xは

【0025】

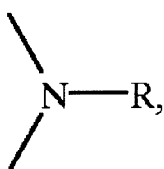
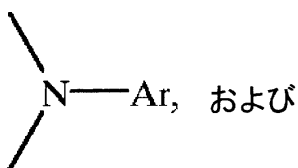
【化 9】



20



30



40

【0026】

のうちの少なくとも1つからなる群から選択される。 s は0、1または2である。本開示の態様はまた、基材、電荷発生層、少なくとも1つの電荷輸送成分を含む少なくとも1つの電荷輸送層（該少なくとも1つの電荷輸送層は正孔輸送分子および本明細書中で示されるチオホスフェートを含み、1層、2層、3層、または4層の電荷輸送層がチオホスフェートを含む）、および最上部電荷輸送層に接触し且つそれに連続する層を含み、その層は触媒の存在下でのアクリレートポリオール、ポリアルキレングリコール、架橋剤、および電荷輸送成分の反応によって形成され、その結果、ポリマーネットワークが形成されている光伝導体に関する。より具体的には、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 および R_6 のうちの少なくとも1つは水素原子、例えば1から約20個の炭素原子を有するアルキル基、例え

50

ば6から約26個の炭素原子を有するシクロアルキル基、例えば約3から約20個の炭素原子を有しエステル、エーテル、アルコールまたはカルボキシル基を含有するヒドロカルビル、例えば2から約18個の炭素原子を有する直鎖または分岐鎖アルキル等を表す。

【0027】

ある実施形態において、チオホスフェートについては、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 および R_6 のうちの少なくとも1つは水素原子、例えば1から約12個の炭素原子を有するアルキル、例えば約6から約20個の炭素原子を有するシクロアルキル、約6から約50個の炭素原子を有するアリール、アルキルアリールまたはアリールアルキル基、例えば約5から約15個の炭素原子を含有し且つエステル、エーテル、アルコールまたはカルボキシル基を含有するヒドロカルビル基、例えば約2から約15個の炭素原子、または約3から約8個の炭素原子を有する直線、鎖状または分岐鎖であってよいアルキル基を表す。アルキルおよびアルコキシ基の例は、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、イソブチル、ペンチル、ヘキシル、エチルヘキシル、その誘導体等、およびそれらの混合、および対応するアルコキシドを含む。アリールの例は、フェニル、ナフチル、例えばアルキルやアルコキシで置換されたアリール、およびその誘導体である。ヒドロカルビル基の例は、例えば、約5から約15個の炭素原子を有し、かつエステル、エーテル、アルコールまたはカルボキシル基を有する。

10

【0028】

金属ジアルキルジチオホスフェートの具体的な例は、ジ(2-エチルヘキシル)ジチオリン酸モリブデン、ジエチルジチオリン酸亜鉛、ジアミルジチオリン酸アンチモン等を含む。市販のジアルキルジチオリン酸亜鉛としては、エルコ・コーポレーション(Elco Corporation)、クリーブランド(Cleveland)、OHから入手可能なエルコ(ELCO(商標))102、103、108、114、11、および121が挙げられる。多数のチオホスフェートは、ある量の石油蒸留物、バレロ・エナジー・コーポレーション(Valero Energy Corporation)、サン・アントニオ(San Antonio)、TXから入手可能なValpar500(商標)のような鉱油を含有する。市販のジアルキルジチオホスフェートモリブデンとしては、アール・ティー・バンデルビルト・カンパニー・インコーポレーテッド(R. T. Vanderbilt Company, Inc.)、ノーウォーク(Norwalk)、CTから入手可能なモリバン・エル(MOLYVAN L)(商標)(ジ(2-エチルヘキシル)ホスホロジチオ酸モリブデン)が挙げられる。市販のジアルキルジチオリン酸アンチモンとしては、アール・ティー・バンデルビルト・カンパニー・インコーポレーテッド(R. T. Vanderbilt Company, Inc.)、ノルウォーク(Norwalk)、CTから入手可能なバンループ(VANLUBE)(商標)622および648(ジアルキルホスホロジチオ酸アンチモン)が挙げられる。

20

30

【0029】

理論的にはチオホスフェートおよび存在する他の成分の間の相互作用はあり得るが、ある実施形態において主として優れた光伝導体エレクトロカルとして機能する種々の有効量のチオホスフェートを、1以上の電荷輸送層において約0.01から約30重量パーセント、約0.1から約10重量パーセントまたは約0.5から約5重量パーセント、および電荷発生層において約0.1から約40重量パーセント、約1から約20重量パーセント、または約5から約15重量パーセントの量で、各電荷輸送層および/または電荷発生層の成分に加えることができる。

40

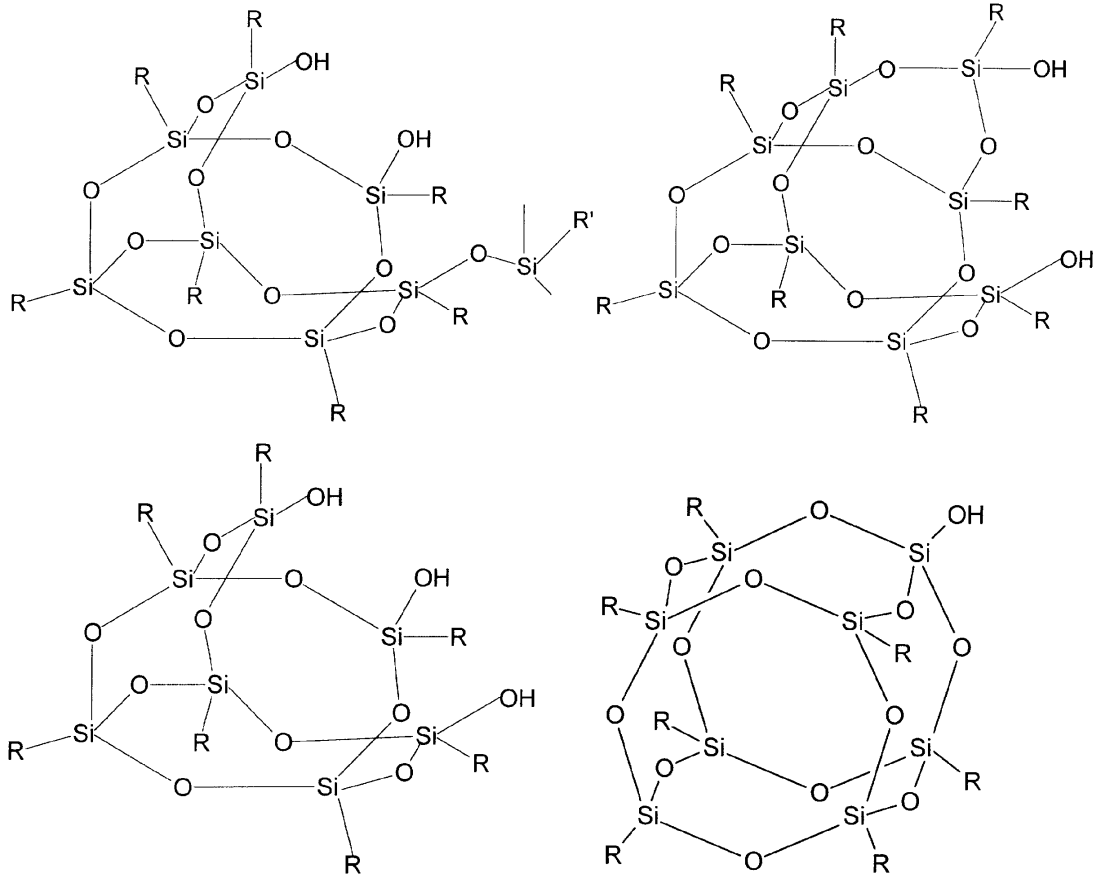
【0030】

また、必要に応じて設けられる支持基材、シラノールを含有する電荷発生層、および少なくとも1つの電荷輸送成分を含む少なくとも1つの電荷輸送層、およびオーバーコート層を含む画像形成部材が開示される。支持基材、電荷発生成分およびシラノールを含む電荷発生層、および少なくとも1つの電荷輸送成分を含む少なくとも1つの電荷輸送層を有する光伝導体が開示される。該シラノールは

【0031】

50

【化 10】



10

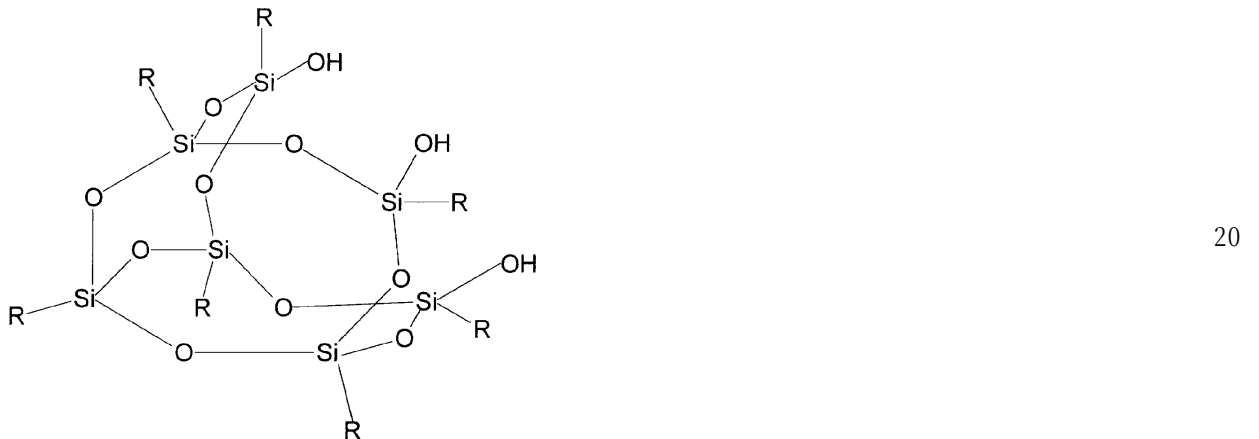
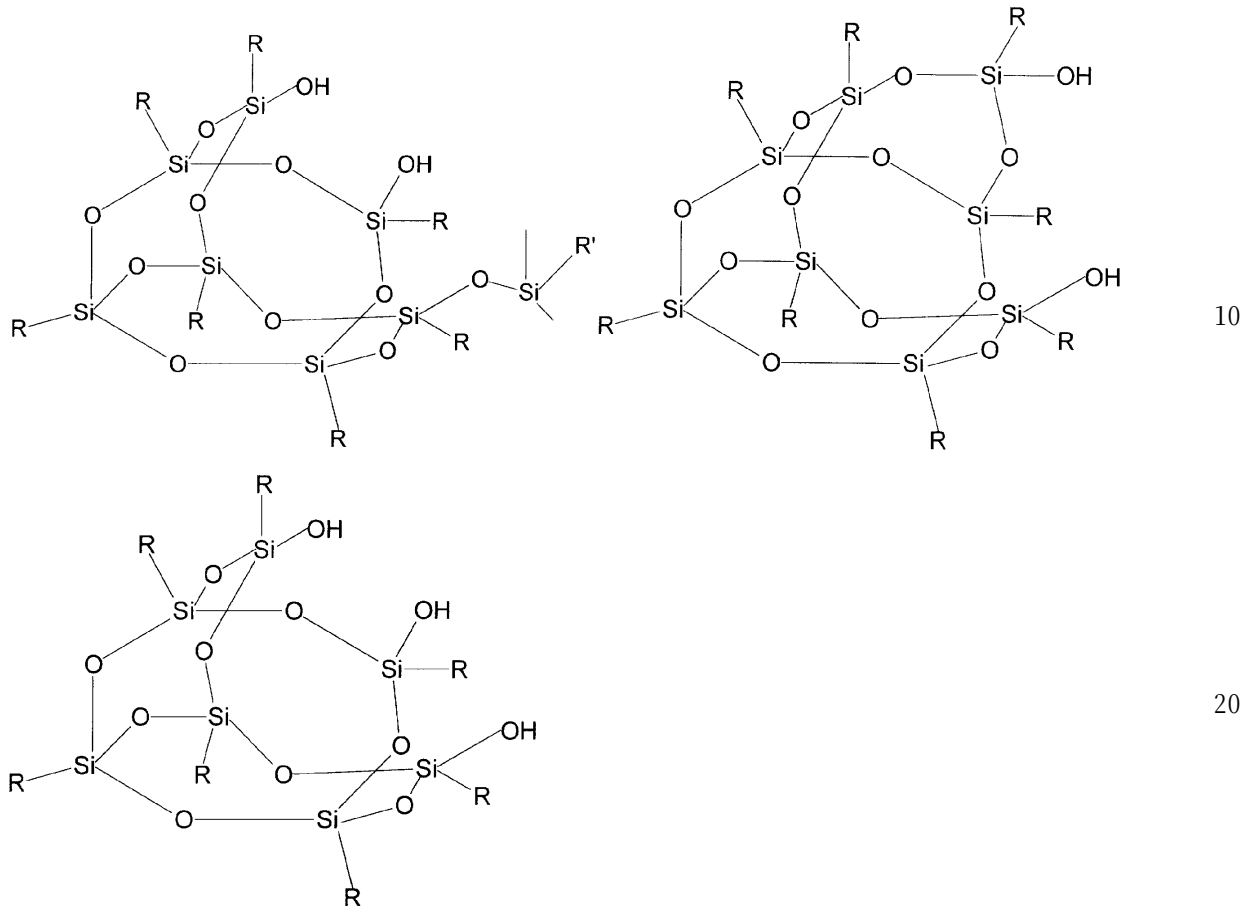
【0032】

のうちの少なくとも1つからなる群から選択される。式中、RおよびR'は、独立して、アルキル、アルコキシ、アリール、およびそれらの置換された誘導体、およびそれらの混合のような適当な炭化水素である。該光伝導体は、更に、該電荷輸送層と接触し且つそれと連続する架橋されたオーバーコート層を含み、該オーバーコート層は電荷輸送化合物、ポリマー、および架橋成分を含む。支持基材と、少なくとも1つの電荷発生色素およびシラノールを含む電荷発生層とを順に含み、その上に、少なくとも1つの電荷輸送成分を含む電荷輸送層を含む光伝導体が開示される。該シラノールは、以下のうちの少なくとも1つからなる群から選択される。該光伝導体は、さらに、最上部電荷輸送層と接触し且つそれに連続する層を含む。その層は、触媒の存在下でのアクリレートポリオール、ポリアルキレングリコール、架橋剤および電荷輸送化合物の反応によって形成することのできる架橋されたポリマーを含み、その結果、該アクリレートポリオール、該グリコール、該架橋剤および電荷輸送化合物を主として含有するポリマーネットワークがもたらされる。

30

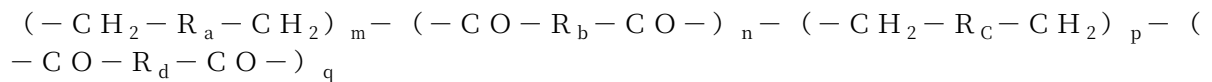
【0033】

【化 1 1】



【0034】

該アクリレートポリオールが、



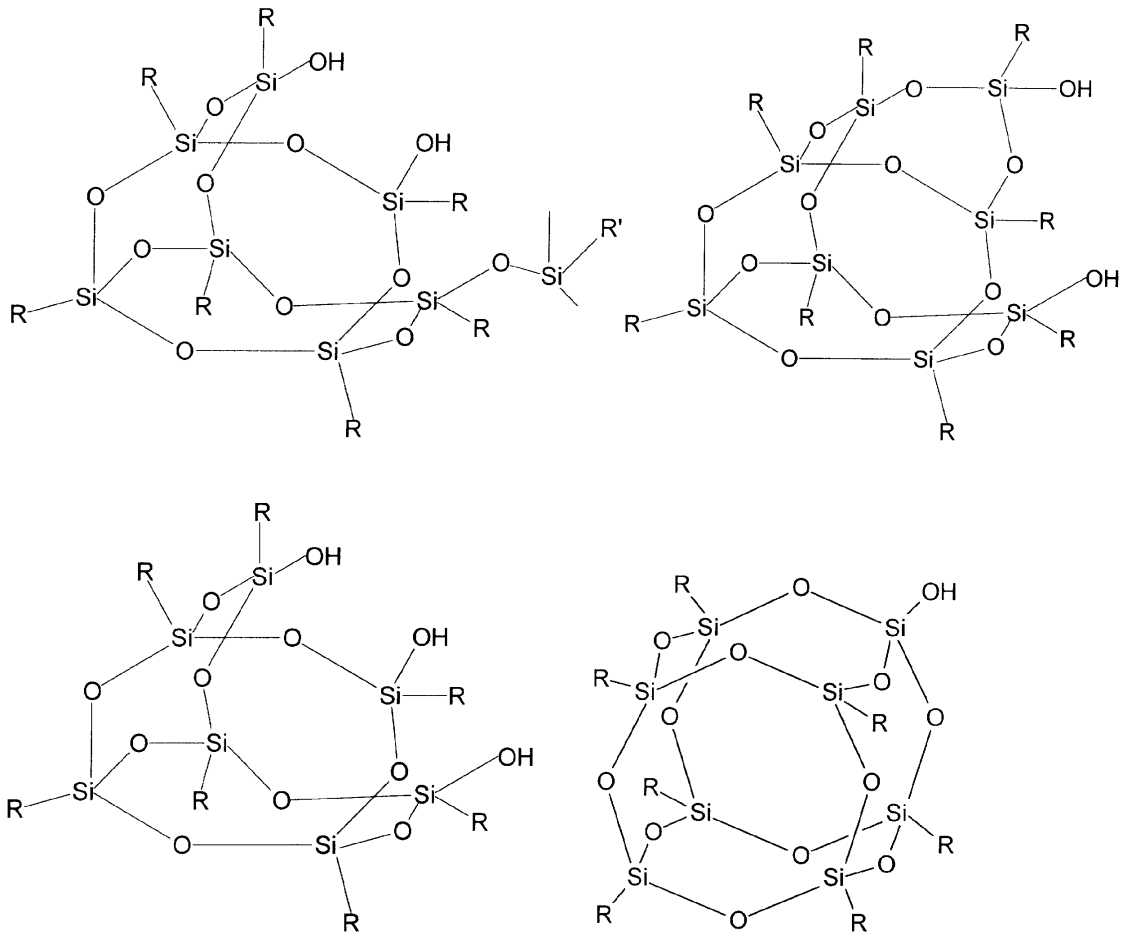
30

によって表される光伝導体が開示される。式中、 R_a および R_c は、独立して、直鎖アルキル基、直鎖アルコキシ基、分岐鎖アルキル基、および分岐鎖アルコキシ基の少なくとも1つを表し、各アルキルおよびアルコキシ基は約1から約20個の炭素原子を含有し、 R_b および R_d は、独立して、アルキルおよびアルコキシの少なくとも1つを表し、該アルキルおよび該アルコキシは、各々、約1から約20個の炭素原子を含有し、 m 、 n 、 p 、および q は、 $n+m+p+q=1$ となるような、0から1のモル分率を表す。必要に応じて用いられる基材、電荷発生成分およびシラノールを含む電荷発生層、および少なくとも1つの電荷輸送成分を含む少なくとも1つの電荷輸送層を含む光伝導体が開示される。該電荷発生シラノールは、以下の式／構造からなる群から選択される。

【0035】

40

【化 1 2】



10

20

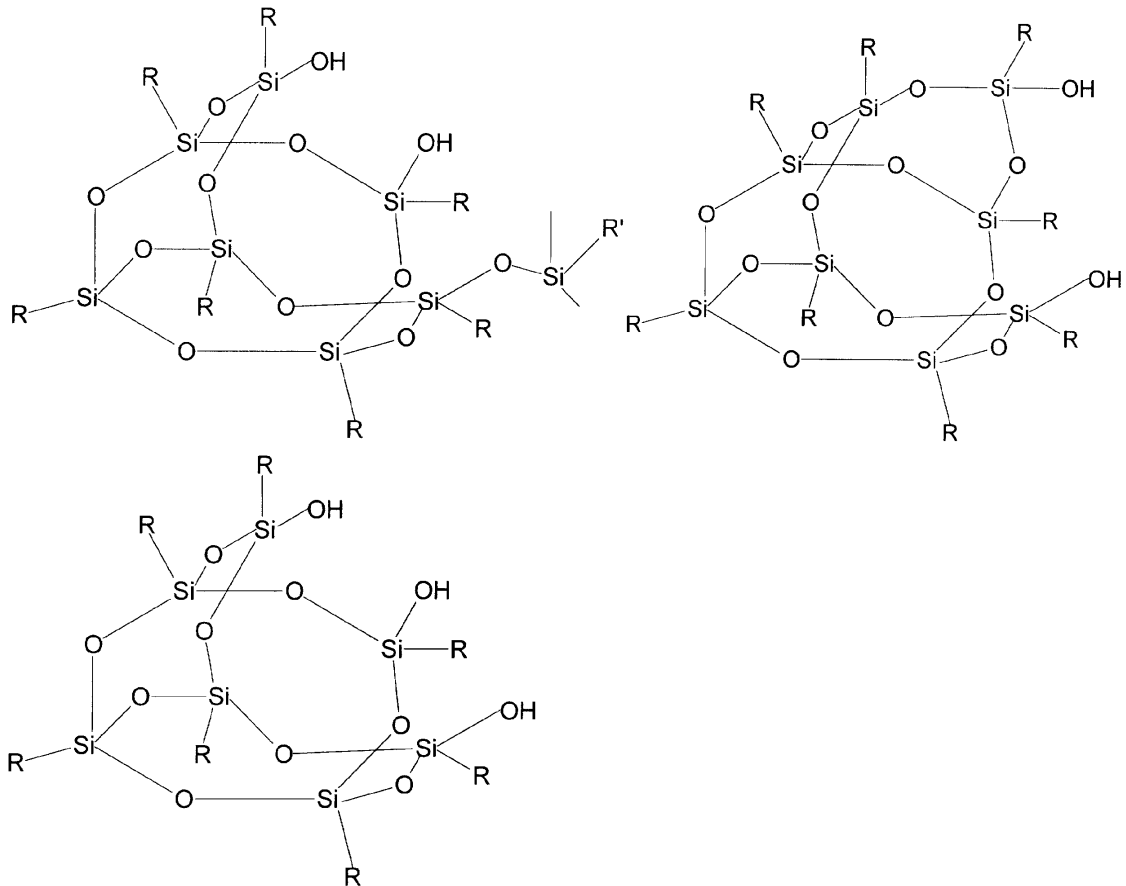
【0036】

式中、RおよびR'は、独立して、アルキル、アルコキシ、アリール、およびそれらの置換された誘導体、およびそれらの混合である。該光伝導体は、さらに、該電荷輸送層に接触したPOC (protective overcoat: 保護オーバーコート) の最上部オーバーコート層を含む。支持基材、少なくとも1つの電荷発生色素およびシラノールを含む電荷発生層、その上に少なくとも1つの電荷輸送成分および

30

【0037】

【化 1 3】



【0038】

を含む少なくとも1つの電荷輸送層、および該電荷輸送層と接触した最上部オーバーコート層またはTOCを順に含む光伝導体が開示される。該オーバーコート層は、主として、アクリル化ポリオール、ポリアルキレングリコール（アルキレンは、例えば1から約10個の炭素原子、より具体的には1から約4個の炭素原子を含有する）、正孔輸送化合物等の電荷輸送化合物、および少量の触媒および架橋剤を含有する。支持基材、電荷発生層、および少なくとも2つの電荷輸送層（少なくとも1つの電荷発生または電荷輸送層は前記式のシラノールを含有し、該シラノールはポリヘドラルオリゴマーシルセスキオキサン（polyhedral oligomeric silsesquioxane: POSS）シラノールとも呼ばれるものである）、該電荷輸送層と接触し、アクリル化ポリオールおよびアルキレングリコールの混合物のようなポリオールの混合物、電荷輸送化合物、および架橋剤を含む最上部オーバーコート架橋層を含むフレキシブルな画像形成部材が開示される。該オーバーコート層は酸触媒の存在下で形成される。電荷発生層、および少なくとも1つの電荷輸送層（該電荷発生層が本明細書中に記載のシラノールを少なくとも1つ含有するか、または該電荷発生層および該少なくとも1つの電荷輸送層の両方が本明細書中に記載のシラノールを少なくとも1つ含有するか、あるいは該電荷輸送層はシラノールを含有せず、そのようなシラノールは該電荷発生層に含まれる）、および該電荷輸送層に接触した本明細書中に記載の最上部保護架橋オーバーコート層を含む光伝導体が開示される。支持基材、その上の電荷発生層、および少なくとも1つの電荷輸送成分および本明細書中に記載の式のシラノールを少なくとも1つ含む少なくとも1つの電荷輸送層を含み、RおよびR'は、独立して、フェニル、メチル、ビニル、アリル、イソブチル、イソオクチル、シクロペンチル、シクロヘキシル、シクロヘキセニル-3-エチル、エポキシシクロヘキシル-4-エチル、 $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{CH}_2$ -および $\text{CF}_3(\text{CF}_2)_5\text{CH}_2\text{CH}_2$ -のようなフッ素化アルキル、メタクリロイルプロピル、またはノルボルネニルエチルのようなアルキル、アルコキシ、またはアリール、またはそれらの混合である画像形成部材が開示

される。基材、その上の電荷発生層、その上の少なくとも1から約3の電荷輸送層、正孔ブロック層、接着層（ある実施形態においては、該接着層は該電荷発生層および該正孔ブロック層の間に位置し、該電荷輸送層および該電荷発生層の少なくとも1つはシラノールを含有し、あるいは、該シラノールは該電荷発生層のみに含有され、このとき、該電荷発生層は電荷発生色素などの電荷発生成分および樹脂バインダーを含み、該少なくとも1つの電荷輸送層は正孔輸送成分などの少なくとも1つの電荷輸送成分、樹脂バインダー、および抗酸化剤のような既知の添加剤を含む）、および該電荷輸送層の全表面と接触した本明細書中に記載の最上部オーバーコート保護層を含む光伝導性部材が開示される。

【0039】

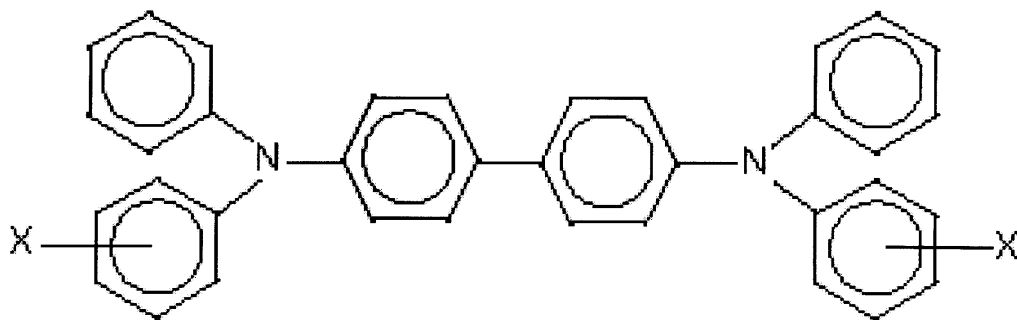
本明細書中に記載の光伝導体は、電荷発生層または電荷輸送層に、本明細書中に記載のジアルキルジチオホスフェートを含むことができる。

【0040】

その実施形態において、支持基材、その上の電荷発生層、電荷輸送層およびオーバーコートポリマー層を含む光伝導性画像形成部材；約1から約10ミクロンの厚みの電荷発生層、各々が約5から約100ミクロンの厚みの少なくとも1つの輸送層を有する光伝導性部材；帯電部、現像部、転写部、および定着部を有する電子写真式画像形成装置（該装置は、支持基材、およびその上の電荷発生色素を含む層、および1以上の電荷輸送層、およびその上のオーバーコート層を含む光伝導性画像形成部材を有し、該輸送層は約40から約75ミクロンの厚みのものである）；シラノールまたはジアルキルジチオホスフェートが約0.1から約40重量パーセント、または約6から約20重量パーセントの量で存在する部材；電荷発生層が、約10から約95重量パーセントの量で存在する電荷発生色素を含有する部材；電荷発生層の厚みが約1から約4ミクロンである部材；電荷発生層が不活性ポリマーバインダーを含有する部材；該バインダーが約50から約90重量パーセントの量で存在し、全ての層成分の合計が約100パーセントである部材；電荷発生成分が約370から約950ナノメートルの波長の光を吸収するヒドロキシガリウムフタロシアニンである部材；支持基材が、金属を含む導電性基材を含む画像形成部材；導電性基材がアルミニウム、アルミニウム化ポリエチレンテレフタレートまたはチタン化ポリエチレンテレフタレートである画像形成部材；電荷発生樹脂性バインダーが、ポリエステル、ポリビニルブチラル、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリビニルピリジン、およびポリビニルホルマールのような既知の適当なポリマーからなる群から選択される画像形成部材；該電荷発生色素が金属を含まないフタロシアニンである画像形成部材；電荷輸送層の各々、特に第一および第二の層、または単一電荷輸送層、およびオーバーコート層中の電荷輸送化合物が

【0041】

【化14】



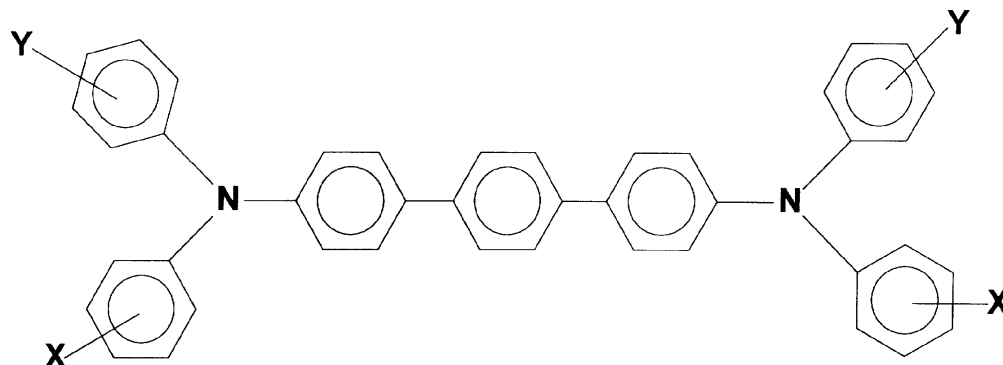
【0042】

を含む画像形成部材（式中、Xはメチルおよび塩化物のようなアルキル、アルコキシおよびハロゲンからなる群から選択される）；アルキルおよびアルコキシが約1から約15の炭素原子を含有する画像形成部材；アルキルが約1から約5の炭素原子を含有する画像形成部材；アルキルがメチルである画像形成部材；電荷輸送層の各々または少なくとも1つ

、特に第一および第二の電荷輸送層、または単一の電荷輸送層、およびオーバーコート層の電荷輸送化合物が

【0043】

【化15】



10

【0044】

を含む画像形成部材（式中、XおよびYは、独立して、アルキル、アルコキシ、アリール、ハロゲン、またはそれらの混合である）；例えば、アルキルおよびアルコキシが約1から約15個の炭素原子を含有し、アルキルが約1から約5個の炭素原子を含有し、樹脂性バインダーがポリカーボネートおよびポリスチレンからなる群から選択される画像形成部材；電荷発生層に存在する電荷発生色素がクロロガリウムフタロシアニン、またはV型ヒドロキシガリウムフタロシアニンを含有する画像形成部材；電荷発生層が基材および電荷輸送層の間に位置する部材；電荷輸送層が基材および電荷発生層の間に位置し、かつ電荷輸送層の数が2である部材；電荷発生層が約5から約25ミクロンの厚みのものである部材；電荷発生成分の量が約0.05重量パーセントから約20重量パーセントであり、電荷発生色素が約10重量パーセントから約80重量パーセントのポリマーバインダー中に分散される画像形成部材；

20

電荷発生層の厚みが約1から約11ミクロンまでである部材；

電荷発生および電荷輸送層成分がポリマーバインダー中に含まれる部材；

バインダーが約50～約90重量パーセントの量で存在し、層成分の総計が約100パーセントであり、電荷発生樹脂性バインダーが、ポリエステル、ポリビニルブチラール、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリビニルピリジン、およびポリビニルホルマールより構成される群から選択される部材；

30

電荷発生成分が、V型ヒドロキシガリウムフタロシアニンまたはクロロガリウムフタロシアニンであり、電荷輸送層および／またはオーバーコートが、N, N'-ジフェニル-N, N'-ビス（3-メチルフェニル）-1, 1'-ビフェニル-4, 4'-ジアミン、N, N'-ビス（4-ブチルフェニル）-N, N'-ジ-p-トリル-[p-ターフェニル]-4, 4'-ジアミン、N, N'-ビス（4-ブチルフェニル）-N, N'-ジ-m-トリル-[p-ターフェニル]-4, 4'-ジアミン、N, N'-ビス（4-ブチルフェニル）-N, N'-ジ-o-トリル-[p-ターフェニル]-4, 4'-ジアミン、N, N'-ビス（4-ブチルフェニル）-N, N'-ビス（4-イソプロピルフェニル）-[p-ターフェニル]-4, 4'-ジアミン、N, N'-ビス（4-ブチルフェニル）-N, N'-ビス（2-エチル-6-メチルフェニル）-[p-ターフェニル]-4, 4'-ジアミン、N, N'-ビス（4-ブチルフェニル）-N, N'-ビス（2, 5-ジメチルフェニル）-[p-ターフェニル]-4, 4'-ジアミン、N, N'-ジフェニル-N, N'-ビス（3-クロロフェニル）-[p-ターフェニル]-4, 4'-ジアミン分子の正孔輸送体を含み、正孔輸送樹脂性バインダーは、ポリカーボネートおよびポリスチレンより構成される群から選択される画像形成部材；

40

電荷発生層が、金属を含まないフタロシアニンを含有する画像形成部材；

電荷発生層が、アルコキシガリウムフタロシアニンを含有する画像形成部材；

基材上に被覆として含まれるブロック層、およびブロック層上に被覆された接着層を伴

50

う光伝導性画像形成部材；

さらに接着層および正孔ブロック層を含有する画像形成部材；

画像形成部材上に静電潜像を形成し、潜像を現像し、現像された静電画像を転写し、適切な基材に定着することを含むカラー画像形成方法；

支持基材、電荷発生層、正孔輸送層、および正孔輸送層と接触した（あるいは実施形態によっては電荷発生層と接触した）最上部オーバーコート層を有する光伝導性画像形成部材であって、実施形態によっては複数の電荷輸送層が選択され、例えば2から約10まで、さらに具体的には2つの電荷輸送層が選択される、光伝導性画像形成部材；および

場合により設けられる支持基材、電荷発生層、および第一、第二および第三電荷輸送層を有する光伝導性画像形成部材の開示がある。

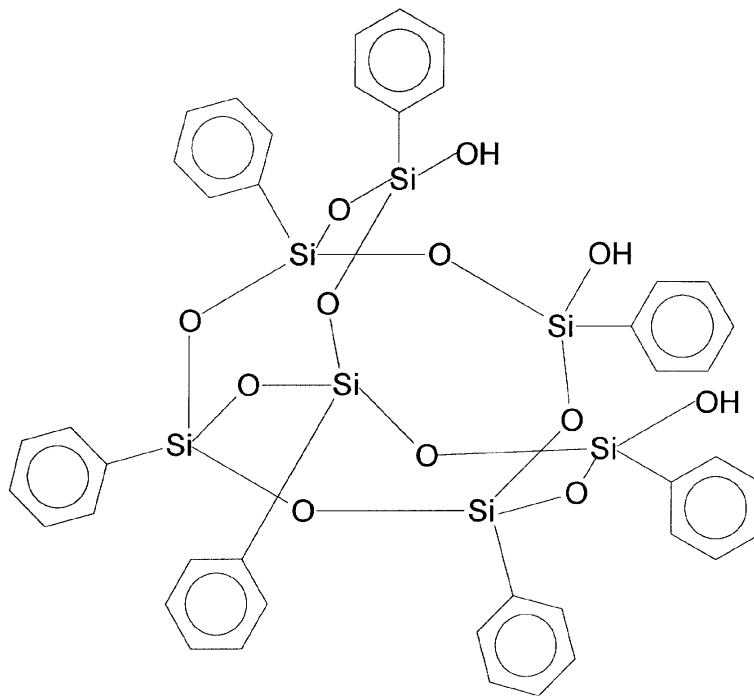
10

【0045】

ある実施形態において、POSSシラノールは、フェニル-POSSトリシラノール、または以下の式／構造

【0046】

【化16】



20

30

【0047】

のフェニル-ポリヘドラルオリゴマーシルセスキオキサントリシラノールである。該POSSシラノールは約7から約20個のケイ素原子、または約7から約12個のケイ素原子を含有することができる。POSSシラノールの M_w は、例えば約700から約2,000、または約800から約1,300である。

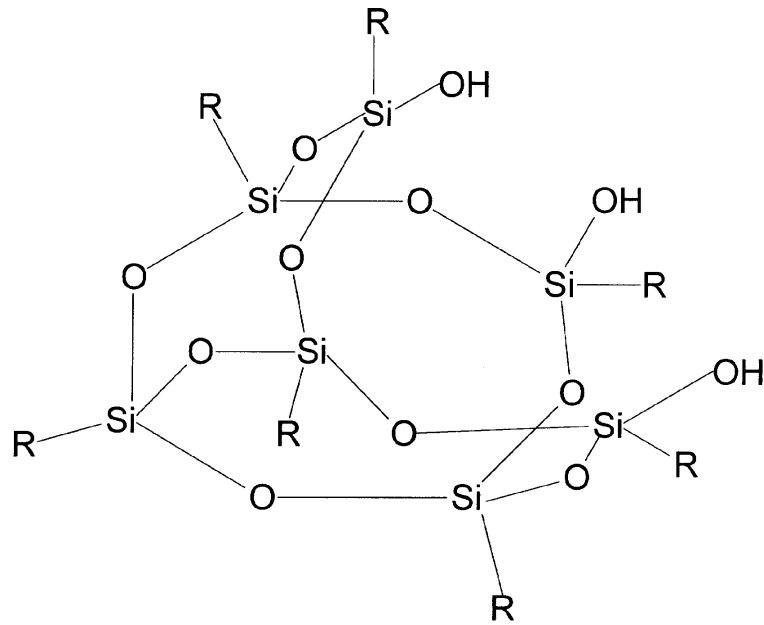
【0048】

シラノールの例として開示されるのは、

【0049】

40

【化 1 7】



10

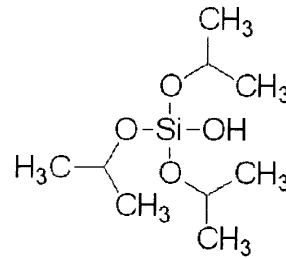
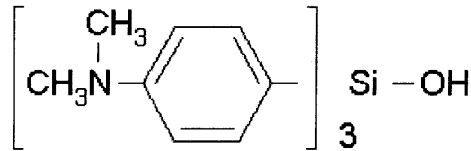
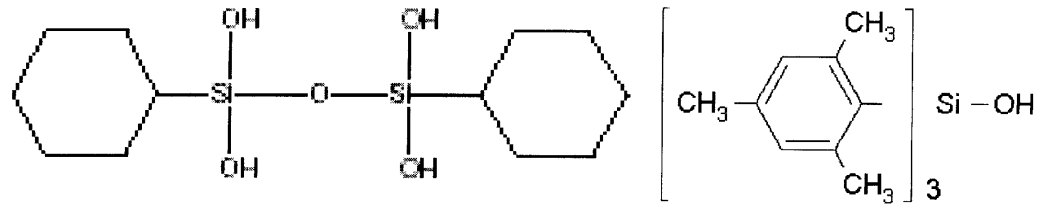
【0050】

(式中、Rはフェニルである)

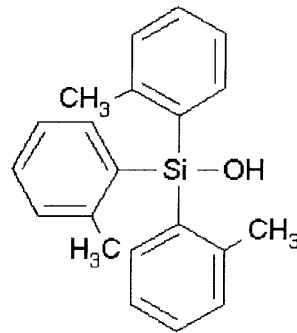
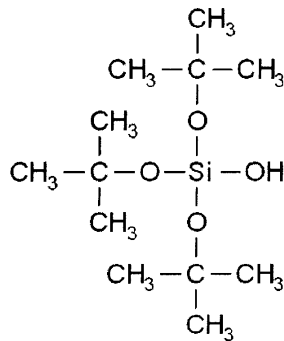
20

【0051】

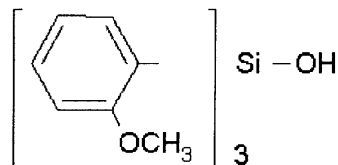
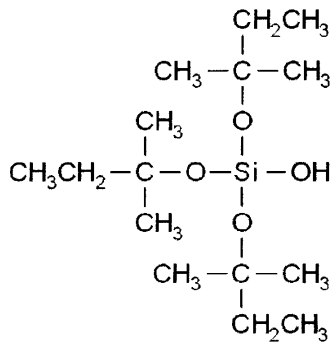
【化 1 8】



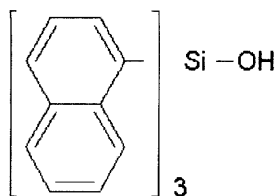
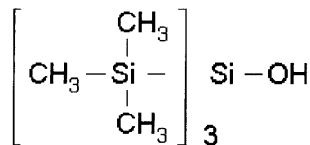
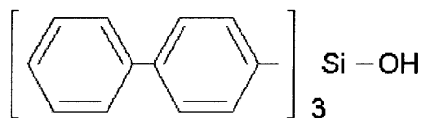
10



20



30



40

【0052】

である。

【0053】

ある実施形態においては、選択されうるシラノールはPOSSを含有しない。このようなシラノールの例としては、ジメチル（チエン-2-イル）シラノール、トリス（イソプロポキシ）シラノール、トリス（tert-ブトキシ）シラノール、トリス（tert-ペントキシ）シラノール、トリス（o-トリル）シラノール、トリス（1-ナフチル）シ

50

ラノール、トリス（２，４，６－トリメチルフェニル）シラノール、トリス（２－メトキシフェニル）シラノール、トリス（４－ジメチルアミノ）フェニル）シラノール、トリス（４－ビフェニル）シラノール、トリス（トリメチルシリル）シラノール、ジシクロヘキシルテトラシラノール（ $C_{12}H_{26}O_5Si_2$ ）、その混合物等が挙げられる。

【００５４】

本明細書中に示される部材、デバイス、および光伝導体のために選択されるシラノールは、 $Si-OH$ 置換基が水を脱離してシロキサン、すなわち $Si-O-Si$ 連結を形成する点に関して、 $Si-OH$ 置換基を主に考慮すると、安定である。理論によって限定されるものではないが、他の３つの結合が珪素に付着したシラノールヒンダード構造は、それらを少なくともより長い期間、例えば少なくとも１週以上２年を越える期間まで、安定にさせると考えられる。シラノールは、電荷輸送層溶液または分散液に含めてもよく、あるいは、電荷発生層溶液または分散液に含ませてもよい（例えば溶解させる）。あるいは、シラノールを電荷輸送層および／または電荷発生層に添加してもよい。

10

【００５５】

固体全体の約０．０１から約５０重量パーセント、または約１から約３０重量パーセント、または約５から約２０重量パーセントのような、種々の適当な量のシラノールを選択することができる。シラノールは電荷輸送層溶液および電荷発生溶液に溶解させることができ、あるいは別法として、シラノールは形成された電荷輸送層および／または形成された電荷発生層に単に加えることができる。ある実施形態において、シラノールは、電荷発生層を調製する既知の分散粉碎プロセスに含められる。

20

【００５６】

電荷発生層については、理論に限定されるわけではないが、電荷発生色素は、疎水性シラノールの電荷発生色素表面へのイン・サイチュ（*in situ*）付着によって疎水性部位で修飾され、シラノールの残りの部分は樹脂バインダーと相互作用し、それにより、色素は分散粉碎プロセスの間に容易に分散可能となる。

【００５７】

光伝導体基材層の厚みは、経済的考慮、電気特性等の多くの因子に依存し、したがってこの層は、かなりの厚み、例えば３，０００ミクロンを越える様な厚み、約１，０００～約２，０００ミクロン、約５００～約９００ミクロン、約３００～約７００ミクロン、あるいは最小の厚みのものでありうる。ある実施形態では、この層の厚みは約７５ミクロン～約３００ミクロン、または約１００ミクロン～約１５０ミクロンである。

30

【００５８】

基材は、不透明であっても実質的に透明であってもよく、任意の適切な材料を含みうる。したがって基材は、無機または有機組成物のような電氣的に非伝導性または伝導性の材料の層を含みうる。電氣的に非伝導性の材料としては、薄層ウェブとしてフレキシブルなポリエステル、ポリカーボネート、ポリアミド、ポリウレタン等を含む、この目的のために知られる種々の樹脂が使用されうる。電氣的に伝導性の基材は、例えば、アルミニウム、ニッケル、銅鉄、銅などのあらゆる適切な金属、炭素、金属粉などのような電氣的に伝導性の物質が充填された上記のようなポリマー材料、または有機の電氣的に伝導性の材料でありうる。電氣的に絶縁または伝導性の基材は、無端フレキシブルベルト、ウェブ、剛性シリンダー、シートなどの形態でありうる。基材層の厚みは、所望の強度および経済的考慮などの多くの因子に依存する。本明細書中で参照される同時係属中の出願で開示されるとおり、ドラムについては、この層はかなりの厚み、例えば多センチメートルまで、でもよく、あるいはミリメートル未満という最小の厚みのものでありうる。同様に、フレキシブルベルトはかなりの厚み、例えば約２５０マイクロメートル、でもよく、あるいは約５０マイクロメートル未満という最小の厚みのものでありうる（ただし最終の電子写真装置に有害な影響がないという条件の下で）。

40

【００５９】

基材層が伝導性でない実施形態では、電気伝導性の被覆によってその表面を電気伝導性にしうる。伝導性被覆の厚みは、光学的透明性、望まれる柔軟性の程度、および経済的因

50

子によって実質的に広範な範囲にわたり変化しうる。

【0060】

基材の代表的例は本明細書中に示されるとおりであり、さらに具体的には、本開示の画像形成部材について選択され、基材が不透明あるいは実質的に透明でありうる層は、市販されているポリマーであるマイラー（MYLAR）（登録商標）やチタンを含有するマイラー（MYLAR）（登録商標）のような無機または有機ポリマー材料を含む絶縁材料の層、その上に配置されたインジウム錫オキシドまたはアルミニウムのような半導体表面層を有する有機または無機材料の層、またはアルミニウム、クロム、ニッケル、真鍮などの伝導性材料の層を包含する。基材は、フレキシブルで、継ぎ目がないか、または剛性であってもよく、そして例えば、プレート、円筒状ドラム、巻物、無端のフレキシブルベルトなどのような多数の異なる形態を有しうる。ある実施形態では、基材は継ぎ目なしのフレキシブルベルトの形態にある。ある種の状況、特に基材がフレキシブルな有機ポリマー材料である場合、例えばマクロロン（MAKROLON）（登録商標）として市販されているポリカーボネート材料のようなカール防止層を基材の裏面に被覆することが望ましい場合がある。

10

【0061】

ある実施形態において、電荷発生層は多数の公知の電荷発生色素より構成され、例えば、V型ヒドロキシガリウムフタロシアニンまたはクロロガリウムフタロシアニン約50重量パーセント、およびVMCH（ダウ・ケミカル（Dow Chemical）から入手可能）のようなポリ（ビニルクロリド-コ-ビニルアセテート）共重合体のような樹脂バインダー約50重量パーセントである。一般に、電荷発生層は公知の電荷発生色素を含有でき、例えば金属フタロシアニン、金属を含まないフタロシアニン、アルキルヒドロキシガリウムフタロシアニン、ヒドロキシガリウムフタロシアニン、クロロガリウムフタロシアニン、ペリレン、特にビス（ベンズイミダゾ）ペリレン、チタニルフタロシアニン等であり、より具体的にはバナジルフタロシアニン、V型ヒドロキシガリウムフタロシアニン、およびセレン、セレン合金および三方晶系セレンのような無機成分などである。電荷発生色素を電荷輸送層のために選択される樹脂バインダーと同様の樹脂バインダー中に分散してもよく、あるいは樹脂バインダーは存在しなくてもよい。一般に、電荷発生層の厚みは、他の層の厚みおよび電荷発生層に含有される電荷発生材料の量等の多数の因子に依存する。したがってこの層は、例えば電荷発生組成物が約30～約75体積パーセントの量で存在する場合に、例えば約0.05ミクロン～約10ミクロン、さらに具体的には約0.25ミクロン～約2ミクロンの厚みであってもよい。ある実施形態においてこの層の最大厚みは、光感度、電気的特性、および機械的配慮のような因子に主に依存する。電荷発生層のバインダー樹脂は、例えば約1から約50重量パーセント、さらに具体的には約1から約10重量パーセントの種々の適切な量で存在し、その樹脂はポリ（ビニルブチラル）、ポリ（ビニルカルバゾール）、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリ（ビニルクロリド）、ポリアクリレートおよびメタクリレート、ビニルクロリドとビニルアセテートの共重合体、フェノール性樹脂、ポリウレタン、ポリ（ビニルアルコール）、ポリアクリロニトリル、ポリスチレンなどのような多数の公知のポリマーから選択されうる。デバイス中の先に被覆された他の層を実質的に攪乱したり悪影響を及ぼすことのない塗布溶媒を選択することが望ましい。電荷発生層のための塗布溶媒の例は、ケトン、アルコール、芳香族炭化水素、ハロゲン化脂肪族炭化水素、シラノール、アミン、アミド、エステルなどである。具体的溶媒例は、シクロヘキサノン、アセトン、メチルエチルケトン、メタノール、エタノール、ブタノール、アミルアルコール、トルエン、キシレン、クロロベンゼン、四塩化炭素、クロロホルム、メチレンクロリド、トリクロロエチレン、テトラヒドロフラン、ジオキサン、ジエチルエーテル、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、ブチルアセテート、エチルアセテート、メトキシエチルアセテートなどである。

20

30

40

【0062】

電荷発生層は、真空蒸発または真空蒸着によって製造された、セレンおよびセレンとヒ素、テルリウム、ゲルマニウムなどとの合金のアモルファスフィルム、水素化アモルファ

50

スシリコン、シリコンとゲルマニウム、炭素、酸素、窒素などとの化合物、を含んでいてもよい。電荷発生層は、膜形成性ポリマーバインダーに分散された、例えば結晶性セレンおよびその合金、ⅠⅠからⅤⅠ族までの化合物、の無機色素、およびキナクリドン、ジブロモアンタンスロン色素、ペリレンおよびペリノンジアミン、多核芳香族キノン等の多環色素、ビスー、トリスーおよびテトラキスーアゾを含むアゾ色素のような有機色素等を含んでいてもよく、溶媒塗布技術によって製造されうる。

【0063】

低コスト半導体レーザーダイオード露光デバイスに露光される感光体には、赤外線感度が望まれる場合があり、例えば、選択されたフタロシアニンの吸収スペクトルおよび光感度はその中心金属原子に依存する。例としては、オキシバナジウムフタロシアニン、クロロアルミニウムフタロシアニン、銅フタロシアニン、オキシチタンフタロシアニン、クロロガリウムフタロシアニン、ヒドロキシガリウムフタロシアニン、マグネシウムフタロシアニン、および無金属フタロシアニンが挙げられる。該フタロシアニンは多くの結晶形態で存在し、電荷発生に対して強い影響を有する。

10

【0064】

ある実施形態において、電荷発生層用のマトリックスとして選択することができるポリマーバインダー材料の例は知られており、例えば、本明細書中において示されているものが挙げられる。

【0065】

電荷発生組成物または色素は種々の量の樹脂性バインダー組成物中に存在させる。しかしながら、一般には、約5重量パーセントから約90重量パーセントの電荷発生色素を約10重量パーセントから約95重量パーセントの樹脂性バインダーに分散させ、あるいは約20重量パーセントから約50重量パーセントの電荷発生色素を約80重量パーセントから約50重量パーセントの樹脂性バインダー組成物に分散させる。1つの実施形態において、約50重量パーセントの電荷発生色素を約50重量パーセントの樹脂性バインダー組成物に分散させる。

20

【0066】

実施形態によっては、適切な公知の接着層を光伝導体を含めてもよい。典型的な接着層材料としては例えばポリエステル、ポリウレタンなどが挙げられる。接着層の厚みは変化し得るものであり、ある実施形態では例えば、約0.05マイクロメートル（500オングストローム）～約0.3マイクロメートル（3,000オングストローム）である。スプレー、ディップ塗布、ロール塗布、巻線ロッド塗布、グラビア塗布、バードアプリーケーター塗布などによって、接着層を正孔ブロック層に付着しうる。付着された被覆の乾燥は例えばオープン乾燥、赤外線照射乾燥、空気乾燥などによって達成されうる。

30

【0067】

通常、正孔ブロック層と電荷発生層に接触するかまたはその間に配置される、場合により設けられる接着層として、コポリエステル、ポリアミド、ポリ（ビニルブチラール）、ポリ（ビニルアルコール）、ポリウレタン、およびポリアクリロニトリルを含む種々の公知の物質を選択しうる。この層は、例えば約0.001ミクロン～約1ミクロン、または約0.1ミクロン～約0.5ミクロンの厚みのものである。場合により、この層は、有効で適切な量、例えば約1～約10重量パーセントの、酸化亜鉛、二酸化チタン、窒化シリコン、カーボンブラックなどの伝導性および非伝導性粒子を含有してもよく、それにより例えば本開示のいくつかの実施形態においてさらに望ましい電気および光学特性を提供してもよい。

40

【0068】

本開示の画像形成部材のための場合により設けられる正孔ブロックまたはアンダーコート層は、例えばアミノシラン、ドーパされた金属酸化物、TiSi、チタン、クロム、亜鉛、錫などのような金属の酸化物、フェノール性化合物とフェノール性樹脂の混合物、または2つのフェノール性樹脂の混合物などの公知の正孔ブロック成分、および場合によりSiO₂のようなドーパントなど、多数の成分を含有しうる。フェノール性化合物は、通

50

常、ビスフェノールA（4，4′-イソプロピリデンジフェノール）、E（4，4′-エチリデンビスフェノール）、F（ビス（4-ヒドロキシフェニル）メタン）、M（4，4′-（1，3-フェニレンジイソプロピリデン）ビスフェノール）、P（4，4′-（1，4-フェニレンジイソプロピリデン）ビスフェノール）、S（4，4′-スルホニルジフェノール）、およびZ（4，4′-シクロヘキシリデンビスフェノール）、ヘキサフルオロビスフェノールA（4，4′-（ヘキサフルオロイソプロピリデン）ジフェノール）、レゾルシノール、ヒドロキシキノン、カテキンなどのように少なくとも2つのフェノール基を含有する。

【0069】

正孔ブロック層は、例えば約20重量パーセントから約80重量パーセントまで、さらに具体的には約55重量パーセントから約65重量パーセントの金属酸化物のような適切な成分（例えば TiO_2 ）、約20重量パーセントから約70重量パーセントまで、さらに具体的には、約25重量パーセントから約50重量パーセントのフェノール性樹脂、約2重量パーセントから約20重量パーセントまで、さらに具体的には約5重量パーセントから約15重量パーセントの、好ましくは少なくとも2つのフェノール基を含有するフェノール性化合物（例えばビスフェノールS）、および約2重量パーセントから約15重量パーセントまで、さらに具体的には約4重量パーセントから約10重量パーセントの、 SiO_2 のよう合板抑制ドーパント（plywood suppression dopant）より構成されうる。正孔ブロック層被覆分散液は、例えば、以下のとおりに作製しうる。最初に、分散液中の金属酸化物のメジアン粒子サイズが、約10ナノメートル未満、例えば約5～約9ナノメートルになるまで、ボールミルまたはダイノミルすることによって、金属酸化物／フェノール性樹脂分散液を製造する。上記分散液に、フェノール性化合物およびドーパントを添加し、続いて混合する。ディップ塗布またはウェブ塗布によって正孔ブロック層塗布分散液を塗布でき、その層を塗布後熱硬化させうる。生じた正孔ブロック層は例えば、約0.01ミクロン～約30ミクロン、さらに具体的には約0.1ミクロン～約8ミクロンの厚みのものである。フェノール性樹脂の例としては、バルクム（V A R C U M）（登録商標）29159および29101（オキシケム社（O x y C h e m C o m p a n y）から入手可能）およびデュライト（D U R I T E）（登録商標）97（ボーデン・ケミカル（B o r d e n C h e m i c a l）から入手可能）のようなフェノール、p-e-r-t-e-r-t-ブチルフェノール、クレゾールのホルムアルデヒドポリマー、バルクム（V A R C U M）（登録商標）29112（オキシケム社（O x y C h e m C o m p a n y）から入手可能）のようなアンモニア、クレゾールおよびフェノールのホルムアルデヒドポリマー、バルクム（V A R C U M）（登録商標）29108および29116（オキシケム社（O x y C h e m C o m p a n y）から入手可能）のような4，4′-（1-メチルエチリデン）ビスフェノールのホルムアルデヒドポリマー、バルクム（V A R C U M）（登録商標）29457（オキシケム社（O x y C h e m C o m p a n y）から入手可能）、デュライト（D U R I T E）（登録商標）SD-423A、SD-422A（ボーデン・ケミカル（B o r d e n C h e m i c a l）から入手可能）のようなクレゾールおよびフェノールのホルムアルデヒドポリマー、またはデュライト（D U R I T E）（登録商標）ESD 556C（ボーデン・ケミカル（B o r d e n C h e m i c a l）から入手可能）のようなフェノールおよびp-e-r-t-e-r-t-ブチルフェノールのホルムアルデヒドポリマーが挙げられる。

【0070】

場合により設けられる正孔ブロック層を基材に塗布してもよい。隣接する光伝導層（または電子写真画像形成層）とその下にある基材の伝導性表面との間で正孔に対する電子的障壁を形成する能力のあるあらゆる適切な、従来からのブロック層を選択しうる。

【0071】

一般的には約5ミクロンから約75ミクロンの厚み、より具体的には約10ミクロンから約40ミクロンの厚みの電荷輸送層、成分、および分子は、以下の式

【0072】

10

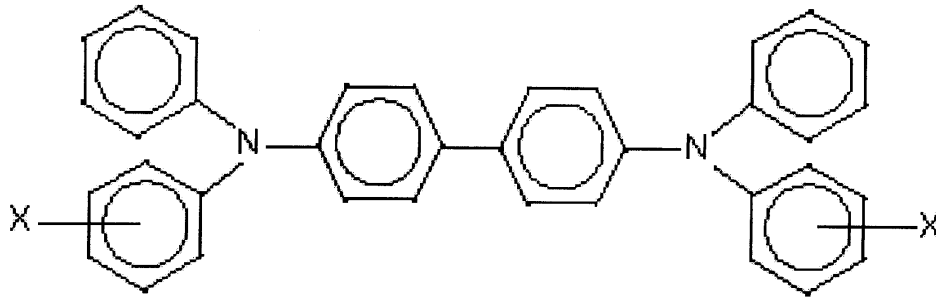
20

30

40

50

【化 1 9】



10

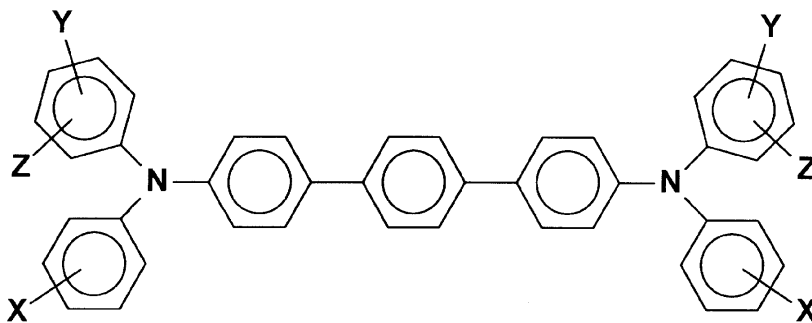
【0 0 7 3】

(式中、Xはアルキル、アルコキシ、アリール、ハロゲン、またはそれらの混合であり、あるいは各Xは4つの末端環の各々に存在し、特に、C 1 および C H₃からなる群から選択される置換基である)

のアリールアミン、および以下の式

【0 0 7 4】

【化 2 0】



20

【0 0 7 5】

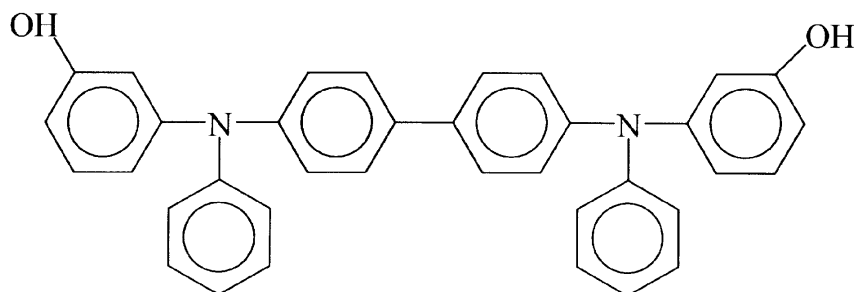
(式中、X、YおよびZの少なくとも1つは、独立して、アルキル、アルコキシ、アリール、ハロゲン、またはそれらの混合であり、Y、Z、またはYおよびZの双方が存在できる)

30

の分子、

【0 0 7 6】

【化 2 1】



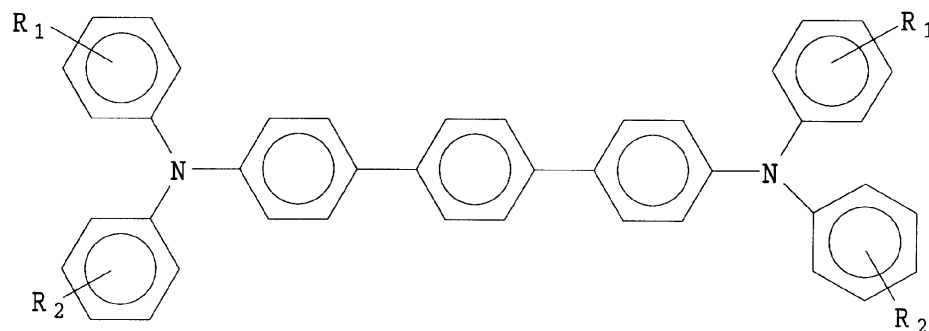
40

【0 0 7 7】

によって表されるN, N'-ジフェニル-N, N'-ビス(3-ヒドロキシフェニル)-[1, 1'-ビフェニル]-4, 4'-ジアミン、

【0 0 7 8】

【化 2 2】



10

【0079】

(式中、各 R_1 および R_2 は、独立して、 $-H$ 、 $-OH$ 、 n が 1 から約 12 である $-C_nH_{2n+1}$ 、アラルキル、およびアリール基の少なくとも 1 つからなる群から選択され、該アラルキルおよびアリール基は、例えば、約 6 から約 36 個の炭素原子を有する)

によって表されるテルフェニルアリールアミンなどの多くの公知の物質を含む。該ヒドロキシアリールアミン化合物は、1 以上の芳香族環を通して $-OH$ 基および最も近い窒素原子の間において直接的共役はないものとできる。表現「直接的共役」とは、例えば、 $-OH$ 基および最も近い窒素原子の間に直接的に介在する 1 以上の芳香族環における式 $-(C=C)_n-C=C-$ を有するセグメントの存在を指す。1 以上の芳香族環を通しての $-OH$ 基および最も近い窒素原子の間の直接的共役の例としては、フェニレン基に結合した窒素原子に対してフェニレン基上のオルトまたはパラ位 (または 2 または 4 位置) に $-OH$ 基を有するフェニレン基を含有する化合物、または会合したフェニレン基に結合した窒素原子に対して末端フェニレン基上のオルトまたはパラ位に $-OH$ 基を有するポリフェニレン基を含有する化合物が挙げられる。アラルキル基の例は、例えば、 n が約 1 から約 5、または約 1 から約 10 である $-C_nH_{2n+1}$ -フェニル基を含み、アリール基の例は、例えば、フェニル、ナフチル、ピフェニル等を含む。 R_1 が $-OH$ であって、各 R_2 が n -ブチルである実施形態において、得られる化合物は N, N' -ビス [4- n -ブチルフェニル]- N, N' -ジ [3-ヒドロキシフェニル]-テルフェニル-ジアミンである。また、ある実施形態において、正孔輸送層はオーバーコート層の形成のために選択された溶媒に可溶性である。

20

30

【0080】

具体的なアリールアミンの例としては、 N, N' -ジフェニル- N, N' -ビス (アルキルフェニル)-1, 1'-ビフェニル-4, 4'-ジアミン (アルキルは、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ヘキシルなどより構成される群から選択される)、 N, N' -ジフェニル- N, N' -ビス (ハロフェニル)-1, 1'-ビフェニル-4, 4'-ジアミン (ハロ置換基は、クロロ置換基である)、 N, N' -ビス (4-ブチルフェニル)- N, N' -ジ- p -トリル- [p -ターフェニル]-4, 4'-ジアミン、 N, N' -ビス (4-ブチルフェニル)- N, N' -ジ- m -トリル- [p -ターフェニル]-4, 4'-ジアミン、 N, N' -ビス (4-ブチルフェニル)- N, N' -ジ- o -トリル- [p -ターフェニル]-4, 4'-ジアミン、 N, N' -ビス (4-ブチルフェニル)- N, N' -ビス- (4-イソプロピルフェニル)- [p -ターフェニル]-4, 4'-ジアミン、 N, N' -ビス (4-ブチルフェニル)- N, N' -ビス- (2-エチル-6-メチルフェニル)- [p -ターフェニル]-4, 4'-ジアミン、 N, N' -ビス (4-ブチルフェニル)- N, N' -ビス- (2, 5-ジメチルフェニル)- [p -ターフェニル]-4, 4'-ジアミン、 N, N' -ジフェニル- N, N' -ビス (3-クロロフェニル)- [p -ターフェニル]-4, 4'-ジアミンなどが挙げられる。他の公知の電荷輸送層用の分子も選択可能であり、例えば米国特許第 4, 921, 773 号および 4, 464, 450 号を参照することができる。

40

【0081】

電荷輸送層の成分は、光伝導体最上部オーバーコート層のための電荷輸送化合物として

50

選択することができる。

【0082】

電荷輸送層につき選択されたバインダー材料の例としては、（ビスフェノール-A-ポリカーボネートとも呼ばれる）ポリ（4，4'-イソプロピリデンジフェニレン）カーボネート、（ビスフェノール-Z-ポリカーボネートとも呼ばれる）ポリ（4，4'-シクロヘキシリジンジフェニレン）カーボネート、（ビスフェノール-C-ポリカーボネートとも呼ばれる）ポリ（4，4'-イソプロピリデン-3，3'-ジメチルジフェニル）カーボネート等のようなポリカーボネートなどの、電荷発生層のために選択されるもののような既知の成分が挙げられる。ある実施形態において、電氣的に不活性なバインダーは、約20，000から約100，000の分子量を有する、または好ましくは約50，000から約100，000の分子量 M_w を有するポリカーボネート樹脂を含む。一般に、輸送層は約10から約75重量パーセントの電荷輸送材料、より具体的には、約35パーセントから約50パーセントのこの材料を含有する。

10

【0083】

1以上の電荷輸送層、より具体的には、電荷発生層と接触した第一の電荷輸送層、およびその上の、最上部のまたは第二の電荷輸送層は、ポリカーボネートのようなフィルム形成性の電氣的に不活性なポリマーに溶解した、または分子的に分散した電荷輸送小分子を含んでもよい。ある実施形態において、「溶解した」とは、例えば、小分子およびシラノールが該ポリマーに溶解して、均一な相を形成する溶液を形成することを指し、および「ある実施形態において分子的に分散した」とは、例えば、該ポリマーに電荷輸送分子が分散し、該小分子が分子スケールで該ポリマーに分散することを指す。種々の電荷輸送または電氣的に活性な小分子は1以上の電荷輸送層で選択してもよい。ある実施形態において、電荷輸送層とは、例えば電荷発生層において発生した遊離電荷を輸送層を横切って輸送させるモノマーとしての電荷輸送分子を指す。

20

【0084】

所望ならば、電荷輸送層における電荷輸送材料は、ポリマー電荷輸送材料、または小分子電荷輸送材料およびポリマー電荷輸送材料の組合せを含んでもよい。

【0085】

ある実施形態では電荷輸送層の各々の厚みは約5～約75ミクロンであるが、しかし実施形態によってはこの範囲外の厚みを選択してもよい。電荷輸送層は、その上における静電潜像の形成および滞留を防止するのに十分な速度で、光照射しないときに、正孔輸送層に置かれた静電電荷が伝導することのないような程度に、絶縁体であるべきである。一般に、電荷輸送層と電荷発生層の厚みの比は約2：1～200：1、そして状況によっては約2：1～400：1としてもよい。電荷輸送層は、意図される用途の範囲内で可視光または放射に対して実質的に非吸収性であるが、しかし光伝導層または電荷発生層から光生成された正孔を注入することを可能にし、これらの正孔を自らを通して輸送させて活性層の表面上で表面電荷を選択的に放電することを可能にする点で、電氣的に「活性」である。

30

【0086】

選択された連続的電荷輸送オーバーコート層の厚みは、使用されたシステムでの帯電（バイアス帯電ロール）、清掃（ブレードまたはウェブ）、現像（ブラシ）、転写（バイアス転写ロール）などの磨耗性に依存し、この厚みは、約10マイクロメートル以下でありうる。ある実施形態では、各層の厚みは約1マイクロメートル～約5マイクロメートルである。種々の適切な従来からの方法を混合のために使用でき、その後電荷輸送層にオーバーコート層塗布用混合物を塗布しうる。典型的な塗布技術としては、スプレー、ディップ塗布、ロール塗布、巻線ロッド塗布などが挙げられる。形成された被覆の乾燥は、オープン乾燥、赤外線放射乾燥、空気乾燥などのようなあらゆる適切な従来からの技術により実行してよい。本開示の乾燥されたオーバーコート被覆層は、画像形成の間に正孔を輸送すべきであるが、遊離キャリア濃度は高すぎるべきではない。

40

【0087】

50

最上部電荷輸送層は電荷輸送層と同じ成分を含むことができ、電荷輸送小分子と適切な電氣的に不活性な樹脂バインダーの間の重量比はより小さく、例えば約 0 / 100 ~ 約 60 / 40、または約 20 / 80 ~ 約 40 / 60 である。

【0088】

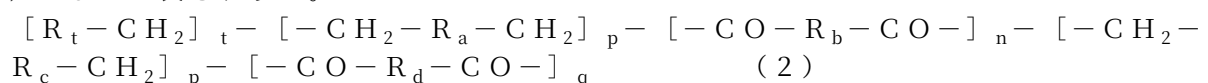
本明細書中で開示された光伝導体は、通常、電荷輸送層と接触し且つそれに連続した保護オーバーコート層 (protective overcoating layer: POC) を含む。この POC 層は、(i) アクリル化ポリオール、および (ii) ポリプロピレングリコールのようなアルキレングリコールポリマー (ポリプロピレングリコールに対するアクリル化ポリオールの割合は、例えば、約 0.1 : 0.9 から約 0.9 : 0.1)、少なくとも 1 つの輸送化合物、および少なくとも 1 つの架橋剤を含む成分を含む。オーバーコート組成物は、第一のポリマーとしての、約 10 から約 20,000 のヒドロキシル価を有するアクリル化ポリオール、例えば、約 100 から約 20,000、約 400 から約 5,000、または約 1,000 から約 2,000 の重量平均分子量を有するアルキレングリコールの第二のポリマー、電荷輸送化合物、酸触媒、および架橋剤を含むことができ、架橋されたオーバーコート層はアクリル化ポリオールおよびグリコールのようなポリオール、架橋剤残留物および触媒残留物を含有し、全て反応してポリマーネットワークとなる。架橋のパーセンテージは測定するのが困難であり得るものであり、かつ理論によって制限されるつもりはないが、オーバーコート層は、例えば、約 5 から約 50 パーセント、約 5 から約 25 パーセント、約 10 から約 20 パーセント、ある実施形態において、約 40 から約 65 パーセントのような適当な値まで架橋される。優れた光伝導体の電氣的応答性は、プレポリマーのヒドロキシル基、およびジヒドロキシアリアルアミン (DHTBD) のヒドロキシル基が、サイメル (CYMEL) (登録商標) の部分のような架橋において利用可能なメトキシアルキルよりも化学量論的に少ない場合に達成することもできる。

【0089】

感光体オーバーコートは多数の異なるプロセスによって塗布することができ、例えば溶媒系中にオーバーコート組成物を分散させ、得られたオーバーコート塗布液を被塗布表面、例えば感光体の最上部電荷輸送層に、例えば約 0.5 ミクロン ~ 約 10 ミクロン、または 0.5 ~ 約 8 ミクロンの厚みに塗布するというものでもよい。

【0090】

種々の実施形態によって、オーバーコート層中に存在する架橋可能なポリマーはポリオールとアクリル化ポリオール膜形成樹脂との混合物を含むことができ、ここで例えば、架橋可能なポリマーは電氣的に絶縁性、半導体性または導体性のいずれでもよく、電荷輸送性であっても電荷輸送特性を有さなくてもよい。ポリオールの例としては高度に分岐したポリオールが挙げられ、ここで高度な分岐とは例えば十分な量の三官能性アルコール (例えばトリオール) を使用して合成されたプレポリマーあるいは高ヒドロキシル価を有する多官能性ポリオールに該当し、ポリマー主鎖からの多数の分岐を有するポリマーを形成する。ポリオールは、例えば約 10 ~ 約 10,000 のヒドロキシル価を有してよく、エーテル基を含んでもエーテル基を含まなくてもよい。適切なアクリル化ポリオールは、例えば、エチレンオキシドで修飾されたプロピレンオキシド、グリコール、トリグリセロールなどの反応産物から産生されるものでもよく、アクリル化ポリオールは以下の式 (2) によって表されうる。



(R_t は、 $CH_2CR_1CO_2-$ を表し、 R_1 は、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ヘキシル、ヘプチルなどのような、例えば 1 ~ 約 25 の炭素原子を、そしてさらに具体的には 1 ~ 約 12 の炭素原子を有するアルキルであり、 R_a および R_c は独立に、線状アルキル基、アルコキシ基、分岐アルキルまたは分岐アルコキシ基を表し、ここでアルキルおよびアルコキシ基は例えば 1 ~ 約 20 の炭素原子を有し、 R_b および R_d は独立に、例えば 1 ~ 約 20 の炭素原子を有するアルキルまたはアルコキシ基を表し、 m 、 n 、 p および q は、 $n + m + p + q = 1$ であるような、0 ~ 1 のモル比を表す)。市販のアクリル化ポリオール

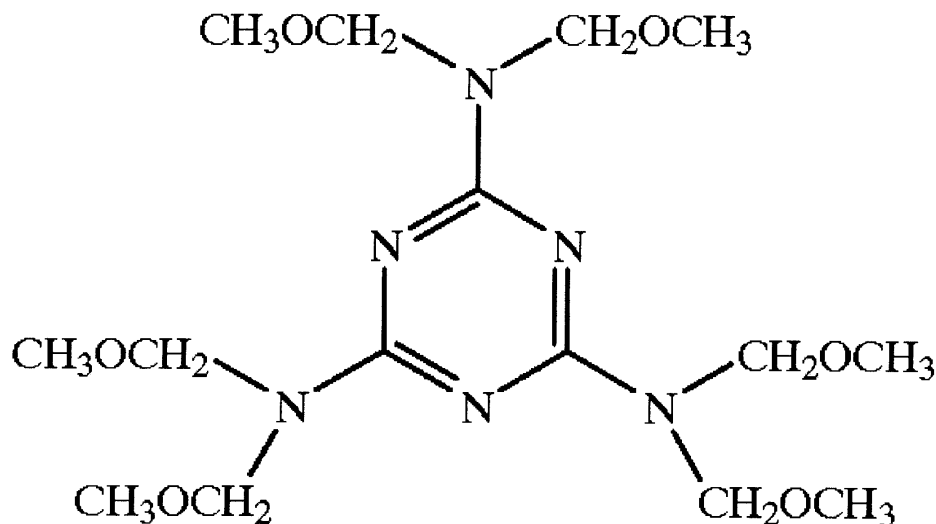
の例は、ジョンソン・ポリマーズ・インク．（Johnson Polymers Inc．）から入手可能なジョンクリル（JONCRYL）（商標）ポリマー、およびオーバーシー・ポリマーズ（OPC polymers）から入手可能なポリケム（POLYCHEM）（商標）ポリマーである。

【0091】

ある実施形態ではオーバーコート層は架橋剤および触媒を含み、架橋剤は例えばメラミン架橋剤または促進剤であってもよい。架橋剤の組込みは、分岐、架橋構造を提供する、アクリル化ポリオールと相互作用する反応部位を提供しうる。そのように組込まれた場合、例えば、トリオキサン、メラミン化合物およびその混合物を含む、あらゆる適切な架橋剤または促進剤を使用しうる。メラミン化合物を選択する場合それらは官能化されてもよく、その例は、メラミンホルムアルデヒド、グリコウリルホルムアルデヒドおよびベンゾグアナミンホルムアルデヒドなどのようなメトキシメチル化メラミン化合物などである。ある種の実施形態では、架橋剤は、メチル化、ブチル化メラミンホルムアルデヒドを含みうる。適切なメトキシメチル化メラミン化合物の非限定的な例は、式（ $\text{CH}_3\text{OCH}_2\text{H}_2)_6\text{N}_3\text{C}_3\text{N}_3$ および以下の構造

【0092】

【化23】



【0093】

を有するメトキシメチル化メラミン化合物であるサイメル（CYMEL）（登録商標）303（サイテック・インタストリーズ（Cytec Industries）から入手可能）でありうる。

【0094】

触媒の存在下でオーバーコート成分を加熱することによって、架橋を達成しうる。触媒の非限定的な例としては、シュウ酸、マレイン酸、石炭酸、アスコルビン酸、マロン酸、コハク酸、酒石酸、クエン酸、p-トルエンスルホン酸、メタンスルホン酸など、およびその混合物が挙げられる。

【0095】

ブロック剤をオーバーコート層に含ませてもよく、ブロック剤は酸触媒効果を「一時拘束」または実質的に遮断することができ、それにより酸触媒機能が望まれるまでの間の溶液安定性を与える。したがって、例えば溶液温度が閾値温度より上に上昇するまで、ブロック剤が酸効果を遮断しうる。例えばある種のブロック剤は、その溶液温度が約100℃より上に上昇されるまで、酸効果を遮断するために使用しうる。その時点で、ブロック剤は酸から解離し、気化する。その後、未結合の酸は自由に重合を触媒できる。このような適切なブロック剤の例としては、ピリジン、およびサイテック・インタストリーズ・インク．（Cytec Industries Inc．）から入手可能なサイキャット（CYCAT）（登録商標）4045のようなブロック剤を含有する市販の酸溶液が挙げられ

るがこれに限定されない。

【0096】

架橋のために使用される温度は、特定の触媒、触媒量、利用される加熱時間、および所望の架橋の程度と共に変化する。一般に、選択される架橋の程度は、最終感光体の所望の柔軟性による。例えば、完全な、つまり100パーセントである架橋は、剛性ドラムまたはプレート感光体のため使用されうる。しかし、例えばウェブまたはベルト構造を有するフレキシブルな感光体のためには、通常、例えば20～80%の部分的架橋が選択される。所望の程度の架橋を達成するための触媒の量は、反応のために使用されるポリオール／アクリル化ポリオールのような特定の被覆溶液材料、触媒、温度、および時間によって変化する。具体的には、ポリエステルポリオール／アクリル化ポリオールを、約100℃～約150℃の温度で架橋する。触媒としてp-トルエンスルホン酸を用いた場合にポリオール／アクリル化ポリオールのために使用される典型的な架橋温度は、約1分～約40分で、約140℃より低く、例えば約135℃である。酸触媒の典型的濃度は、ポリオール／アクリル化ポリオール重量に対して約0.01から約5重量パーセントまでである。架橋の後、オーバーコートは、それが架橋する前は可溶性であった溶媒に実質的に不溶性であるべきであり、したがって溶媒に浸漬した布で擦った際にもオーバーコート材料の除去が起こらないようになっている。架橋は、架橋ポリマーネットワークに輸送分子を拘束する三次元ネットワークの発達につながる。

10

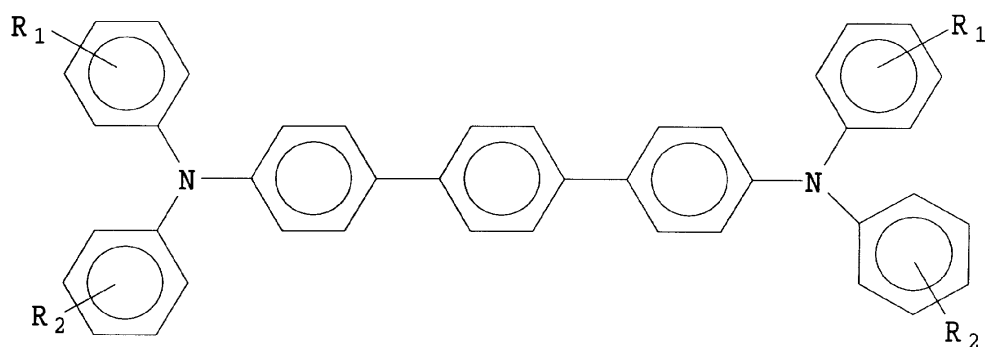
【0097】

オーバーコート層は、例えば、オーバーコート層の電荷輸送移動度を改良するために電荷輸送材料も含むことができる。種々の実施形態によると、電荷輸送材料は(i)フェノール性置換芳香族アミン、(ii)第一級アルコール置換芳香族アミン、および(iii)その混合物の少なくとも1つからなる群から選択できる。ある実施形態において、電荷輸送材料は、例えば、アルコール可溶性ジヒドロキシテルフェニルジアミンのテルフェニル、アルコール可溶性ジヒドロキシTPDであり得る。テルフェニル電荷輸送分子の例は以下の式

20

【0098】

【化24】



30

【0099】

(式中、各 R_1 は-OHであり、 R_2 は、例えば、 n が1から約10、1から約5、または約1から約6であるアルキル($-C_nH_{2n+1}$)、および例えば、約6から約30、または約6から約20個の炭素原子を有するアラルキルおよびアリール基である)によって表すことができる。アラルキル基の適当な例としては、例えば、 n が約1から約5、または約1から約10である $-C_nH_{2n}-$ フェニル基が挙げられる。アリール基の適当な例としては、例えば、フェニル、ナフチル、ビフェニル等が挙げられる。1つの実施形態において、各 R_1 は-OHであって、ジヒドロキシテルフェニルジアミン正孔輸送分子を供する。例えば、各 R_1 が-OHであって、各 R_2 が-Hである場合、得られる化合物はN,N'-ジフェニル-N,N'-ジ[3-ヒドロキシフェニル]-テルフェニルジアミンである。もう1つの実施形態において、各 R_1 は-OHであって、各 R_2 は、独立して、前記で定義したアルキル、アラルキル、またはアリール基である。種々の実施形態において、電荷

40

50

輸送材料はオーバーコート層を形成するのに用いた選択された溶媒に可溶性である。

【0100】

いずれかの適当な第二級または第三級アルコール溶媒は、フィルム形成性オーバーコート層の付着のために使用することができる。典型的なアルコール溶媒としては、限定されるものではないが、例えば、tert-ブタノール、sec-ブタノール、2-プロパノール、1-メトキシ-2-プロパノール等、およびその混合物が挙げられる。例えば、テトラヒドロフラン、モノクロロベンゼン、およびその混合物のようなオーバーコート層の形成のための他の適当な共溶媒を選択することができる。これらの共溶媒は、前記アルコール溶媒のための希釈剤として用いることができるか、あるいはそれらを省略することができる。しかしながら、いくつかの実施形態において、高沸点アルコール溶媒の使用を最小化し、または回避するのは価値があることかもしれない。なぜなら、それらは有効な架橋に干渉し得るので除去すべきだからである。

10

【0101】

ある実施形態において、該オーバーコート溶液で利用される架橋性ポリマー、電荷輸送材料、架橋剤、酸触媒、およびブロッキング剤を含む成分は、該溶媒、またはオーバーコートで使用する溶媒に可溶性または実質的に可溶性であるべきである。

【0102】

使用する系における荷電（例えば、バイアス荷電ロール）、清浄（例えば、ブレードまたはウェブ）、現像（例えば、ブラシ）、転写（例えば、バイアス転写ロール）等の磨耗性に依存し得るオーバーコート層の厚みは、例えば、約1または約2ミクロンから約10ミクロンまたは約15ミクロンかそれ以上である。種々の実施形態において、オーバーコート層の厚みは約1マイクロメートルから約5マイクロメートルであり得る。オーバーコート層の光伝導層上への塗布のための典型的な塗布技術としては、スプレーイング、ディップコーティング、ロールコーティング、巻線ロッドコーティング等を挙げることができる。付着されたオーバーコート層の乾燥は、オーブン乾燥、赤外線照射乾燥、空気乾燥等のようないずれかの適当な従来技術によって行うことができる。本開示の乾燥したオーバーコート層は画像形成の間に電荷を輸送するはずである。

20

【0103】

乾燥したオーバーコート層において、その組成は約40から約90重量パーセントのフィルム形成性架橋性ポリマー、および約60から約10重量パーセントの電荷輸送材料を含むことができる。例えば、ある実施形態において、電荷輸送材料は、約20から約50重量パーセントの量でオーバーコート層に組み込むことができる。所望であれば、オーバーコート層は導電性充填剤、磨耗耐性充填剤等のような他の材料を適当なかつ既知の量で含むこともできる。

30

【0104】

理論によって拘束されるわけではないが、架橋剤は中央領域に位置することが可能であり、このとき、アクリル化ポリオール、ポリアルキレングリコールのようなポリマー、および電荷輸送成分は該架橋剤と結合し、ある実施形態においては該中心領域から延びる。必要に応じて全ての電荷輸送層または少なくとも1つの電荷輸送層に組み込まれ、例えば、改良された横方向電荷移動（lateral charge migration: LCM）抵抗を可能とする成分または材料の例としては、テトラキスメチレン（3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシヒドロシナメート）メタン（チバ・スペシャリティ・ケミカル（Ciba Specialty Chemical）から入手可能なイルガノックス（IRGANOX）（登録商標）1010）、ブチル化ヒドロキシトルエン（BHT）のような既知のヒンダードフェノール性抗酸化剤が挙げられる。電荷輸送層の少なくとも1つにおける抗酸化剤の重量パーセントは約0から約20、約1から約10、約3から約8重量パーセントである。

40

【0105】

少なくとも1つの電荷輸送層とは、例えば、ある状況においては1から約10層またはそれ以上のような単一層または複数層、より具体的には、1から約4層、さらにより具体

50

的には2層を指し、電荷輸送層の1つはチオホスフェートを含有し、2つの電荷輸送層はチオホスフェートを含有し、3、4または5の電荷輸送層はチオホスフェートを含有し、ある実施形態においては、電荷発生層と接触した第一の電荷輸送層はチオホスフェートを含有し、第一の電荷輸送層と接触し且つオーバーコート層と接触した第二の電荷輸送層はチオホスフェートを含まない。

〔実施例 I〕

3.5ミルの厚みを有する二軸方向に配向したポリエチレンナフタレート基材（カレデックス）（KALEDEX（商標）2000）上にコート（コーターデバイス）された0.02マイクロメートル厚のチタン層を用意し、その上に、グラビアアプリーターで、50グラムの3-アミノプロピルトリエトキシシラン（ブロックまたはアンダーコート層）、41.2グラムの水、15グラムの酢酸、684.8グラムの変性アルコール、および200グラムのヘプタンを含有する溶液を塗布することによって、画像形成部材または光伝導体を調製した。次いで、この層を、コーターの強制空気乾燥機中にて135℃で約5分間乾燥した。得られたブロック層は500オングストロームの乾燥厚みを有した。次いで、グラビアアプリーターを用いてそのウェットコーティングをブロック層上に塗布することによって接着層を調製した。その接着剤は、テトラヒドロフラン／モノクロロベンゼン／塩化メチレンの60：30：10容量比率混合液中、コポリエステル接着剤（トヨタ・ヒュシュツ・インコーポレーテッド（Toyota Hsutsu Inc.）から入手可能なアーデル（ARDEL（商標）D100）の溶液を、全重量に基づいて、0.2重量パーセント含有した。次いで、前記コーターの強制空気乾燥機中で、接着層を135℃にて約5分間乾燥した。得られた接着層は200オングストロームの乾燥厚みを有した。

【0106】

電荷発生層分散液は、三菱ガス化学株式会社（Mitsubishi Gas Chemical Corporation）から入手可能な0.45グラムの既知のポリカーボネートルピロン（LUPILON（商標）200（PCZ-200）またはポリカーボネート（POLYCARBONATE）Z（商標）、（重量平均分子量は20,000）、および50ミリリットルのテトラヒドロフランを4オンスのガラスボトルに導入することによって調製した。この溶液に2.4グラムのヒドロキシガリウムフタロシアニン（V型）および300グラムの1/8インチ（3.2ミリメートル）直径のステンレス鋼ショットを加えた。次いで、この混合物をボールミルに8時間入れた。引き続いて、2.25グラムのPCZ-200を46.1グラムのテトラヒドロフランに溶解させ、ヒドロキシガリウムフタロシアニン分散液に加えた。次いで、このスラリーをシェーカーに10分間入れた。その後、得られた分散液をバード（Bird）アプリーターで前記接着剤界面に塗布して、0.25ミルの湿潤厚みを有する電荷発生層を形成した。後で塗布する粉碎ストリップ層（ground strip layer）による適切な電氣的接触を促すために、ブロック層および接着層を有する基材ウェブの1つのエッジに沿った約10ミリメートル幅のストリップは、意図的に電荷発生層材料によってコーティングされないようにした。電荷発生層は強制空気オープン中にて135℃にて5分間乾燥して、0.4マイクロメートルの厚みを有する乾燥電荷発生層を形成した。

【0107】

次いで、得られた画像形成部材ウェブを2層型電荷輸送層でオーバーコートした。具体的には、電荷発生層を、電荷発生層に接触した電荷輸送層（下部層）でオーバーコートした。電荷輸送層の下部層は、1：1の重量比のN，N'-ジフェニル-N，N'-ビス（3-メチルフェニル）-1，1'-ビフェニル-4，4'-ジアミン、およびファルベンファブリーケン・バイエル・アー・ゲー（Farbenfabriken Bayer A. G.）から市販されている約50,000から100,000の分子量平均を有する既知のポリカーボネート樹脂であるマクロロン（MAKROLON）（登録商標）5705を琥珀色ガラスボトルに導入することによって調製した。次いで、得られた混合物を塩化メチレンに溶解させて、15重量パーセントの固形分を含有する溶液を形成した。2ミ

ルのバード (Bird) バーを用いてこの溶液を電荷発生層に塗布して、下部層コーティングを形成した。これは、乾燥 (1 分間、120℃) させると14.5ミクロンの厚みを有していた。このコーティングプロセスの間、湿度は15パーセント以下であった。

【0108】

次いで、電荷輸送層 (CTL) の下部層を第二のパスにおいて最上部電荷輸送層でオーバーコートした。最上部層の電荷輸送層溶液は下部層について前記したように調製した。2ミルのバード (Bird) バーを用いて、この溶液を電荷輸送層の下部層に塗布して、コーティングを形成した。これは、乾燥 (1 分間、120℃) させると14.5ミクロンの厚みを有していた。このコーティングプロセスの間、湿度は15パーセント以下であった。全CTL厚みは29ミクロンであった。

10

[実施例 I I]

画像形成部材または光伝導体は、電荷輸送層の下部層を、琥珀色ガラスボトルに47.5:47.5:5の重量比率のN, N'-ジフェニル-N, N'-ビス(3-メチルフェニル)-1, 1'-ビフェニル-4, 4'-ジアミン、およびファルベンファブリーケン・バイエル・アー・ゲー (Farbenfabriken Bayer A. G.) から市販されている約50,000から100,000の分子量を有するポリカーボネート樹脂であるマクロロン (MAKROLON) (登録商標) 5705、およびエルコ・コーポレーション・オブ・クリーブランド (Elco Corporation of Cleveland)、オハイオ (Ohio) から市販されている、ジアルキルジチオリン酸亜鉛 (ZDDP ELCO-103 (商標)、各々が3から5個の炭素原子を有する2つの第一級アルコールおよび1つの第二級アルコールの混合物) を導入することによって調製する以外は実施例1のプロセスを反復することによって調製した。得られた混合物を塩化メチレンに溶解させて、15重量パーセントの固体を含有する溶液を形成した。2ミルのバード (Bird) バーを用いてこの溶液を電荷発生層に塗布して、下部層コーティングを形成した。これは、乾燥 (1 分間、120℃) させると、14.5ミクロンの厚みを有していた。このコーティングプロセスの間、湿度は15パーセント以下であった。

20

【0109】

次いで、電荷輸送層の下部層を第二のパスにおいて最上部電荷輸送層でオーバーコートした。最上部の最も上方の電荷輸送層の溶液は、琥珀色ガラスボトルに、1:1の重量比のN, N'-ジフェニル-N, N'-ビス(3-メチルフェニル)-1, 1'-ビフェニル-4, 4'-ジアミン、およびファルベンファブリーケン・バイエル・アー・ゲー (Farbenfabriken Bayer A. G.) から市販されている約50,000から100,000の分子量平均を有する既知のポリカーボネート樹脂であるマクロロン (MAKROLON) (登録商標) 5705を導入することによって調製した。次いで、得られた混合物を塩化メチレンに溶解させて、15重量パーセントの固体を含有する溶液を形成した。2ミルのバード (Bird) バーを用いて、この溶液を電荷輸送層の下部層に塗布して、コーティングを形成した。これは乾燥 (1 分間、120℃) させると、14.5ミクロンの厚みを有していた。全電荷輸送層の厚みは29ミクロンであった。

30

[実施例 I I I]

画像形成部材は、下部電荷輸送層を、琥珀色ガラスボトルに48.75:48.75:2.5の重量比率のN, N'-ジフェニル-N, N'-ビス(3-メチルフェニル)-1, 1'-ビフェニル-4, 4'-ジアミン、およびファルベンファブリーケン・バイエル・アー・ゲー (Farbenfabriken Bayer A. G.) から市販されている約50,000から100,000の分子量を有するポリカーボネート樹脂であるマクロロン (MAKROLON) (登録商標) 5705、およびエルコ・コーポレーション・オブ・クリーブランド (Elco Corporation of Cleveland)、オハイオ (Ohio) から市販されている、ジアルキルジチオリン酸亜鉛 (ZDDP ELCO-103 (商標)、各々が3から5個の炭素原子を有する2つの第一級アルコールおよび1つの第二級アルコールの混合物、第一級および第二級プロピル、ブチルおよびペンチル) を導入することによって調製する以外は実施例1のプロセスを反復するこ

40

50

とによって調製した。得られた混合物を塩化メチレンに溶解させて、15重量パーセントの固体を含有する溶液を形成した。2ミルのバード（Bird）バーを用いてこの溶液を電荷発生層に塗布して、下部層コーティングを形成した。これは、乾燥（1分間、120℃）させると、14.5ミクロンの厚みを有していた。このコーティングプロセスの間、湿度は15パーセント以下であった。

【0110】

次いで、電荷輸送層の下部層を第二のパスにおいて最上部電荷輸送層でオーバーコートした。最も上方の最上部電荷輸送層の溶液は、琥珀色ガラスボトルに、1：1の重量比のN，N'-ジフェニル-N，N'-ビス（3-メチルフェニル）-1，1'-ビフェニル-4，4'-ジアミン、およびファルベンファブリーケン・バイエル・アー・ゲー（Farbenfabriken Bayer A. G.）から市販されている約50,000から100,000の分子量平均を有する既知のポリカーボネート樹脂であるマクロロン（MAKROLON）（登録商標）5705を導入することによって調製した。次いで、得られた混合物を塩化メチレンに溶解させて、15重量パーセントの固体を含有する溶液を形成した。2ミルのバード（Bird）バーを用いて、この溶液を電荷輸送層の下部層に塗布して、コーティングを形成した。これは、乾燥（1分間、120℃）させると、14.5ミクロンの厚みを有していた。全電荷輸送層の厚みは29ミクロンであった。

[実施例IV]

画像形成部材は、電荷輸送層の下部層を、琥珀色ガラスボトルに42.5：42.5：15の重量比率のN，N'-ジフェニル-N，N'-ビス（3-メチルフェニル）-1，1'-ビフェニル-4，4'-ジアミン、ファルベンファブリーケン・バイエル・アー・ゲー（Farbenfabriken Bayer A. G.）から市販されている約50,000から100,000（重量平均）の分子量を有するポリカーボネート樹脂であるマクロロン（MAKROLON）（登録商標）5705、およびエルコ・コーポレーション（Elco Corporation）から市販されている前記チオホスフェートZDDP ELCO-103（商標）を導入することによって調製する以外は実施例1のプロセスを反復することによって調製した。得られた混合物を塩化メチレンに溶解させて、15重量パーセントの固体を含有する溶液を形成した。2ミルのバード（Bird）バーを用いてこの溶液を電荷発生層に塗布して、下部層コーティングを形成した。これは、乾燥（1分間、120℃）させると、14.5ミクロンの厚みを有していた。このコーティングプロセスの間、湿度は15パーセント以下であった。

【0111】

次いで、電荷輸送層の下部層を第二のパスにおいて最上部電荷輸送層でオーバーコートした。最も上方の電荷輸送層の溶液は、琥珀色ガラスボトルに、1：1の重量比のN，N'-ジフェニル-N，N'-ビス（3-メチルフェニル）-1，1'-ビフェニル-4，4'-ジアミン、およびファルベンファブリーケン・バイエル・アー・ゲー（Farbenfabriken Bayer A. G.）から市販されている約50,000から100,000の分子量平均を有する既知のポリカーボネート樹脂であるマクロロン（MAKROLON）（登録商標）5705を導入することによって調製した。次いで、得られた混合物を塩化メチレンに溶解させて、15重量パーセントの固体を含有する溶液を形成した。2ミルのバード（Bird）バーを用いて、この溶液を電荷輸送層の下部層に塗布して、コーティングを形成した。これは、乾燥（1分間、120℃）させると、14.5ミクロンの厚みを有していた。全電荷輸送層の厚みは29ミクロンであった。

[実施例V]

画像形成部材は、最上部電荷輸送層および下部電荷輸送層を、琥珀色ガラスボトルに46.25：46.25：7.5の重量比率のN，N'-ジフェニル-N，N'-ビス（3-メチルフェニル）-1，1'-ビフェニル-4，4'-ジアミン、ファルベンファブリーケン・バイエル・アー・ゲー（Farbenfabriken Bayer A. G.）から市販されている約50,000から100,000の分子量を有するポリカーボネート樹脂であるマクロロン（MAKROLON）（登録商標）5705、およびエルコ・

コーポレーション (Elco Corporation) から市販されている前記チオホスフェート ZDDP E L C O - 1 0 3 (商標) を導入することによって調製する以外は実施例 I のプロセスを反復することによって調製した。得られた混合物を塩化メチレンに溶解させて、15重量パーセントの固体を含有する溶液を形成した。2ミルのバード (Bird) バーを用いてこの溶液を電荷発生層に塗布して、下部層コーティングを形成した。これは、乾燥 (1分間、120℃) させると、14.5ミクロンの厚みを有していた。このコーティングプロセスの間、湿度は15パーセント以下であった。

【0112】

次いで、電荷輸送層の下部層を第二のパスにおいて最上部電荷輸送層でオーバーコートした。最も上方の電荷輸送層の溶液は、琥珀色ガラスボトルに、46.25:46.25:7.5の重量比のN, N'-ジフェニル-N, N'-ビス (3-メチルフェニル) -1, 1'-ビフェニル-4, 4'-ジアミン、ファルベンファブリーケン・バイエル・アー・ゲー (Farbenfabriken Bayer A. G.) から市販されている約50,000から100,000の分子量を有するポリカーボネート樹脂であるマクロロン (MAKROLON) (登録商標) 5705、およびエルコ・コーポレーション (Elco Corporation) から市販されている前記チオホスフェート ZDDP E L C O - 1 0 3 (商標) を導入することによって前記に示したように調製した。次いで、得られた混合物を塩化メチレンに溶解させて、15重量パーセントの固体を含有する溶液を形成した。2ミルのバード (Bird) バーを用いて、この溶液を電荷輸送層の下部層に塗布して、コーティングを形成した。これは、乾燥 (1分間、120℃) させると、14.5ミクロンの厚みを有していた。全電荷輸送層の厚みは29ミクロンであった。

[実施例VI]

オーバーコートコーティング溶液の調製

オーバーコートコーティング溶液は、10グラムのポリケム (POLYCHEM) (登録商標) 7558-B-60 (OPC ポリマーズから入手したアクリル化ポリオール)、4グラムのPPG 2K (シグマアルドリッチ (Sigma-Aldrich) から入手した2,000の重量平均分子量を有するポリプロピレングリコール)、6グラムのサイメル (CYMEL) (登録商標) 1130 (サイテック・インダストリーズ・インコーポレーティッド (Cytac Industries Inc.) から入手したメチル化、ブチル化メラミン-ホルムアミド架橋剤)、8グラムのN, N'-ジフェニル-N, N'-ジ [3-ヒドロキシフェニル] -テルフェニル-ジアミン (DHTBD)、1.5グラムのシルクリーン (SILCLEAN (商標)) 3700 (ビー・ワイ・ケー・ケミー) (BYK-Chemie) USAから入手可能なヒドロキシ化シリコン)、および5.5グラム [1重量パーセント] の8パーセントのp-トルエンスルホン酸触媒を60グラムのドワノール (DOWANOL) (登録商標) PM (ダウ・ケミカル・カンパニー) (the Dow Chemical Company) から入手した1-メトキシ-2-プロパノール) に加えることによって形成した。

[実施例VII]

実施例Iの光伝導体を1/8ミルのバード (Bird) バーを用いて実施例VIからの溶液でオーバーコートした。得られたフィルムを強制空気オーブン中で125℃にて2分間乾燥して、高度に架橋した、3ミクロン厚のオーバーコートが得られ、そのオーバーコートはメタノールまたはエタノールに実質的に不溶性であった。

[実施例VIII]

実施例IIの光伝導体を1/8ミルのバード (Bird) バーを用いて実施例VIの溶液でオーバーコートした。得られたフィルムを強制空気オーブン中で125℃にて2分間乾燥して、高度に架橋した、3ミクロン厚のオーバーコートが得られ、そのオーバーコートはメタノールまたはエタノールに実質的に不溶性であった。

[実施例IX]

実施例IIIの光伝導体を1/8ミルのバード (Bird) バーを用いて実施例VIの溶液でオーバーコートした。得られたフィルムを強制空気オーブン中で125℃にて2分

間乾燥して、高度に架橋した、3ミクロン厚のオーバーコートを得た。

〔実施例X〕

実施例I Vの光伝導体を1／8ミルのバード（Bird）バーを用いて実施例V Iの溶液でオーバーコートした。得られたフィルムを強制空気オープン中で125℃にて2分間乾燥して、高度に架橋した、3ミクロン厚のオーバーコートを得た。

電気的特性の試験

前記調製された光伝導体デバイスをスキャナーセットにおいてテストし、光誘導放電サイクルを得た（1つの充電－消去サイクルで順番に配列した）。続いて、1つの充電－露光－消去サイクルを行った。光の強度をサイクルと共に徐々に増大させて、一連の光誘導放電特性（photoinduced discharge characteristic：PIDC）曲線を作成し、当該曲線から種々の露光強度における光感度および表面ポテンシャルを測定した。表面ポテンシャルを増大させていくつかの電圧－対－電荷密度曲線を得る一連の充電－消去サイクルによって、さらなる電気的特性を得た。該スキャナーには、種々の表面ポテンシャルにおいて一定の電圧充電に設定されたスコトロロンが備えられていた。該デバイスを、発光ダイオードへの電流を制御して異なる露光レベルを得るデータ獲得システムによって徐々に増大させた露光強度にて－500ボルトの表面ポテンシャルでテストした。露光光源は780ナノメートルの発光ダイオードであった。電子写真模擬プロセスは、周囲条件（40パーセント相対湿度および22℃）において環境を制御した光密チャンバー中で完了した。また、該デバイスを、充電－放電－消去にて電氣的に10,000画像形成サイクル操作した。10光誘導放電特性（PIDC）曲線をサイクル＝0およびサイクル＝10,000双方において作成した。結果を表1にまとめる。

【0113】

【表1】

	V（3.5エルグ／cm ² ）（V）	
	サイクル＝0	サイクル＝10,000
実施例V I I	66	121
実施例V I I I	56	76
実施例I X	58	81
実施例X	53	75
実施例X	53	77

【0114】

ある実施形態において、電荷輸送層におけるジアルキルジチオホスフェートの物理的ドーピング量によるV_rサイクルアップの最小化または防止のような、既知のPIDC曲線の作成によって決定された開示されたチオホスフェート光伝導膜についての多数の改良された特性が開示されている。より具体的には、表1におけるV（3.5エルグ／cm²）は、露光が3.5エルグ／cm²である場合のデバイスの表面ポテンシャルを表しており、PIDCの特性を明らかにするために用いられている。対照的に、チオホスフェートの電荷輸送層への組み込みは、V（3.5エルグ／cm²）を低下させ、長いサイクルでのサイクルアップを防止する。

【0115】

ある実施形態において、実施例V Iの前記チオホスフェートのオーバーコートを伴う電荷輸送層へ組み込みは、オーバーコートがなくCTLチオホスフェートを含まない光伝導体と比較して、ゴースティングを低下させる。

フロントページの続き

(72)発明者 ジン ウ

アメリカ合衆国 14580 ニューヨーク州 ウェブスター ブラス キャッスル 28

(72)発明者 ケニー・チュアン ディン

アメリカ合衆国 14580 ニューヨーク州 ウェブスター バイキング サークル 1367

(72)発明者 マイケル エー. モーガン

アメリカ合衆国 14450 ニューヨーク州 フェアポート カベルネ サークル 6

(72)発明者 アンソニー エム. ホーガン

アメリカ合衆国 14534 ニューヨーク州 ピッツフォード ピン フック レーン 1

(72)発明者 キャスリーン エム. カーマイケル

アメリカ合衆国 14589 ニューヨーク州 ウィリアムソン ピーズ ロード 5689

審査官 中村 直子

(56)参考文献 特開平11-288113 (JP, A)

特開昭60-073541 (JP, A)

特開2006-084741 (JP, A)

特開平10-177268 (JP, A)

特開2001-175018 (JP, A)

特開平11-072933 (JP, A)

特開2004-018640 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G03G 5/147

G03G 5/05