

NORGE



**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

Utlegningskrift nr. 127881

Int. Cl. G 03 g 5/06 Kl. 57e-5/06

Patentsøknad nr. 168.559 Inngitt 12.6.1967

Løpedag -

Søknaden alment tilgjengelig fra 1.7.1968

Søknaden utlagt og utlegningsskrift utgitt 27.8.1973

Prioritet begjært fra: 13.6.1966 USA,
nr. 556982

International Business Machines Corporation,
Armonk, N.Y. 10504, USA.

Oppfinnere: Meredith David Shattuck, 534 Calero Avenue,
San Jose, Calif. og Ulo Vahtra, 1643 Nord Lane,
San Jose, Calif., USA.

Fullmektig: Mag. scient. Per Aubert.

Organisk fotoledende materiale.

Foreliggende oppfinnelse vedrører organisk fotoledende materiale.

I den xerografiske elektrofotograferingsmåte, påsettes en jevn elektrostatisk ladning på en fotoledende flate, og denne flate blir deretter eksponert med et lysmønster. De eksponerte områder er nå ledende, og frembyr en utladningsvei for de elektrostatiske ladinger, hvilket etterlater et elektrostatisk ladningsmønster på den fotoledende flate. Dette ladningsmønster fremkalles deretter eller gjøres synlig på en av de vanlige måter, f.eks. ved overføring av elektroskopiske partikler eller tonere over den fotoledende flate.

Det har nylig vært økende interesse for anvendelse av

127881

organiske fotoledere ved elektrofotografiske metoder. Dette skyldes at organiske fotoledere er lette å fremstille til fotoledende plater under lave omkostninger og har fordelene bestående i mekanisk bøyelighet slik at de kan benyttes i belteform. Selv om organiske fotoledere har disse ønskelige egenskaper, har de også uønskede egenskaper. F.eks. absorberer praktisk talt alle organiske fotoledere lys hovedsaklig i spekterets ultrafiolette område. Av denne grunn er fotoledere ikke følsomme for farger med lengre bølgelengder, og billige lyskilder for synlig lys kan ikke brukes. For å avhjelpe disse ulemper har man tilsatt fargestoff-sensitivatorer til de organiske fotoledere for å forandre disses absorpsjon til spekterets synlige del. Tilsetningen av fargestoff-sensitivatorer har imidlertid den ytterligere ulempe som består i at sensitivatorene ikke er stabile og blekes relativt raskt ved bruk, slik at fotolederen mister følsomheten i det synlige spektrum.

En annen uønsket egenskap er en lav følsomhet eller eksponeringshastighet for de organiske fotoledere. Man har gjort forsøk på å øke følsomheten for dem, f.eks. for polyvinylkarbazol, ved tilsetning av aktivatorer eller elektronakseptorer som angitt i US-patent nr. 3.037.861, som angir at mellom 1 og 2 vektprosent av aktivator i forhold til polyvinylkarbazol er å foretrekke. Selv ved tilsetning av aktivator, er imidlertid følsomheten for polyvinylkarbazol-fotolederen fremdeles minst fjorten ganger mindre, avhengig av den valgte aktivator, enn eksponeringshastigheten eller følsomheten for selen ved den xerografiske metode. Det britiske patent nr. 942.810 angir dessuten at mengden aktivator må begrenses til under 100 mol aktivator pr. 1000 mol fotoleder (16,3 vektprosent), fordi en større mengde aktivator får ledningsevnen i mørket til å bli for stor, og den fotoledende sammensetning vil ikke lenger oppta tilstrekkelig elektrostatisk ladning til å kunne brukes ved elektrofotografering.

På grunn av kombinasjonen lav følsomhet og lav stabilitet, har organiske fotoledende sammensetninger ikke kunnet konkurrere for bruk i en optisk xerografisk kopieringsmaskin for høy hastighet, hvor fotolederen brukes om igjen tusener av ganger. Dvs. de kjente organiske fotoledende sammensetninger har ikke vært fordelaktige når det gjelder følsomhet eller eksponeringshastighet og stabilitet sammenlignet med den vanlige selen som for tiden brukes i xerografiske kopieringsmaskiner. For å kunne konkurrere med selen, må en

organisk fotoledende sammensetning ha en følsomhet som ikke er under halvparten av selenets følsomhet.

Man har nå funnet at organiske fotoledende materialer inneholdende mellom ca. 0,49 og 1.23 mol 2,4,7-trinitro-9-fluorenon pr. mol monomerenhet i en polymerisert vinylkarbazol-forbindelse, ikke bare har en mørk ledning som er mer enn lav nok til å kunne benyttes ved elektrofotografering, men har en betraktelig øket følsomhet, absorberer i spekterets synlige del slik at tilsetning av fargestoffsensitivatorer ikke er nødvendig, og har god kjemisk stabilitet. Spesielt er disse forbindelser minst fjorten ganger hurtigere enn polyvinylkarbazol-forbindelsene som inneholder 1 til 2% av en annen aktivator, og har minst like stor følsomhet som selen, avhengig av eksponeringskilden.

Ifølge foreliggende oppfinnelse er det således tilveiebragt et organisk fotoledende materiale inneholdende en polymerisert heterocyklisk vinylforbindelse som det fotoledende grunnmateriale (elektronendonator) samt 2,4,7-trinitro-9-fluorenon som aktivatormateriale (elektronakseptor), og dette organiske fotoledende materiale er kjennetegnet ved at aktivatormaterialets vekt utgjør 80-200 % av det fotoledendegrunnmaterialets vekt.

Ovenstående sammenfatning av oppfinnelsen og andre trekk og fordeler ved denne vil fremgå av nedenstående mer spesielle beskrivelse av foretrukne utførelser, sammen med tegningene, hvor:

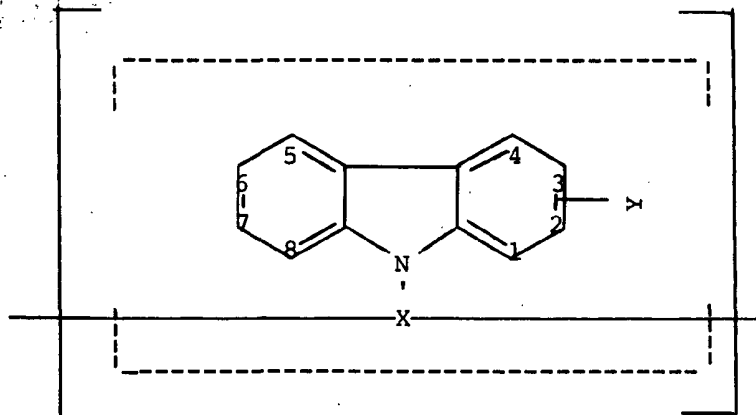
Fig. 1 er en kurve som viser absorpsjonsspekteret for poly-N-vinylkarbazol, absorpsjonsspekteret for 2,4,7-trinitro-9-fluorenon, og absorpsjonsspekteret for en fotoledende sammensetning av poly-N-vinylkarbazol og 2,4,7-trinitro-9-fluorenon i et forhold på 1 mol 2,4,7-trinitro-9-fluorenon til 1 mol N-vinylkarbazol-monomerenhet.

Fig. 2 er en halv-logaritmisk kurve som viser følsomheten mot konsentrasjonen, i gram 2,4,7-trinitro-9-fluorenon pr. 100 gram poly-N-vinylkarbazol.

Fig. 3 er en halv-logaritmisk kurve som viser ladningsopptak mot konsentrasjon, i gram 2,4,7-trinitro-9-fluorenon pr. 100 gram poly-N-vinylkarbazol.

Polymeriserte vinylkarbazol-forbindelser som er egnet for bruk i henhold til oppfinnelsen er poly-N-vinyl-karbazol og polyvinyl-N-lavere alkyl-karbazoler. Slike forbindelser har følgende strukturformel:

127881



hvor X betegner vinyl og lavere alkyl, og hvor Y betegner vinyl bare når X betegner lavere alkyl. (Ovenstående nummerering er basert på endelige regler for organiske forbindelsers nomenklatur, Definitive Rules for Nomenclature of Organic Compounds, fra International Union of Pure and Applied Chemistry, JACS 82, 5545-5574, 5568 (1960). Eksempler på polyvinyl-N-lavere alkyl-karbazoler er poly-2-vinyl-N-metyl-karbazol, poly-3-vinyl-N-etylkarbazol, poly-2-vinyl-N-etylkarbazol, poly-3-vinyl-N-metylkarbazol, poly-3-vinyl-N-isopropylkarbazol, poly-2-vinyl-N-butylkarbazol, poly-3-vinyl-N-butylkarbazol, poly-2-vinyl-N-pentylkarbazol, poly-3-vinyl-N-pentylkarbazol, poly-2-vinyl-N-heksylkarbazol, poly-3-vinyl-N-heksylkarbazol, poly-2-vinyl-N-heptylkarbazol og poly-3-vinyl-N-heptylkarbazol. Blandinger og kopolymerer av de polymeriserte vinylkarbazol-forbindelser kan også brukes.

Andre vinyl-heterocykliske polymere er også egnet slik som vinyldibenzofuran-polymere og spesielt poly-4-vinylbenzofuran.

Poly-N-vinylkarbazol, som er den foretrukne polymer, er et addisjons-polymerisasjonsprodukt av N-vinylkarbazol, og fåes i handelen markedsført av Badische Anilin- und Sodafabrik A.G. Ludwigshafen/Rhein, under det registrerte varemerket "Ludvican". En metode til fremstilling av poly-N-vinylkarbazol er beskrevet i U.S. patent nr. 2.072.465. Denne polymer er et fargeløst stoff og et 6 mikron's belegg har et absorpsjonsspektrum som er vist ved linje 1 på figur 1. Stoffets anvendelse som fotoleder er beskrevet i U.S. patent nr. 3.037.861, som angir at, når et elektrostatiske oppladet sjikt av poly-N-vinylkarbazol eksponeres med ultrafiolett lys, blir dette ledende og ladningen på det området som har mottatt lys spredes.

Fremstilling og anvendelse som fotoledere ved elektrofoto-
tografering for de fleste vinyl-N-lavere alkylkarbazolpolymere er be-
skrevet i U.S. patent nr. 3.232.755. Som angitt der, fremstilles
poly-2-vinyl-N-metylkarbazol ved å oppvarme 5 vektdeler N-metylkarba-
zyl-(2)-metylkarbinol og 0.3 vektdeler kalium-hydrogensulfonat i 2
timer til 170°C under nedsatt trykk på 10^{-2} torr. Den således frem-
stilte polyvinyl-forbindelse oppløses i metylenklorid og omkrystalli-
seres ved å tilsette petroleter til oppløsningen. Man får et farge-
løst rent stoff. N-metylkarbazolyl-(2)-metylkarbinol (smeltepunkt
78°C) fremstilles ved katalytisk reduksjon av 2-acetyl-N-metylkarba-
zol under overskudd av hydrogen med et trykk på 100 atmosfærer, og
ved bruk av Raney-nikkel som katalysator. Poly-2-vinyl-N-etylkarba-
zol fremstilles analogt til fremgangsmåten for metylforbindelsen som
nettopp er beskrevet. Den polymere forbindelse renses ved oppløsning
i benzen og dråpevis tilsetning til metanol. Dette polymerisat er
også fargeløst. Poly-3-vinyl-N-metylkarbazol og poly-3-vinyl-N-etyl-
karbazol fremstilles analogt. N-etylkarbazolyl-(3)-metylkarbinol
(smeltepunkt 75°C) som kreves for fremstilling av poly-3-vinyl-N-
etylkarbazol, fremstilles på enkel måte ved å redusere 3-acetyl-N-
etylkarbazol (smeltepunkt 114-115°C) ved hjelp av natriumborhydrid.
3-acetyl-N-etylkarbazol fremstilles på kjent måte ved å etylere
3-acetylkarbazol med dietylsulfat. Alternativt kan N-etylkarbazolyl-
(3)-metylkarbinol fremstilles ved hjelp av en Grignard reaksjon.
Herved omsettes det kjente N-etylkarbazol-3-aldehyd på kjent måte
med metyl-magnesiumiodid. Poly-3-vinyl-N-isopropylkarbazol frem-
stilles ved å omsette 23,7 vektdeler N-isopropylkarbazol-3-aldehyd
med Grignard-forbindelsen som fremstilles ut fra 2.7 deler magnesium
og 17.1 vektdeler metyliodid, oppløst i benzen-eter. Det mellomlig-
gende karbinol-produkt som danner seg, spalter av vann under reak-
sjonen og polymeriserer. Råproduktet oppløses i benzen og utfelles
på nytt, i form av et fargeløst stoff, ved å tilsette metanol til
benzen-oppløsningen. N-isopropylkarbazol-3-aldehydet (smeltepunkt
114°C) som brukes som utgangsmateriale fremstilles ved formulering
av N-isopropylkarbazol ved hjelp av N-metylformanilid og fosfor-oksy-
klorid. N-isopropylkarbazol (smeltepunkt 122°C) fremstilles ved å
omsette kaliumkarbazol med isopropylbromid. (Man antar at ovenstående
2-vinyl-forbindelsesermer korrekt betegnes 3-vinyl-forbindelser, og
ovenstående 3-vinyl-forbindelser betegnes 2-vinyl-forbindelser).
N-butyl-, N-pentyl-, N-heksyl-, og N-heptyl-, -2-vinyl- og -3-vinyl-

127881

karbazol-polymerene fremstilles ved analoge metoder.

Fremstillingen av vinyl-heterocykliske polymerer av polyvinyldibenzofuran og polyvinyldibenzotiofen er beskrevet i U.S. patent nr. 3.294.763.

Som aktivator eller elektron-akseptor for de polymeriserte vinylkarbazol-forbindelser tjener 2,4,7-trinitro-9-fluorenon, som er et gult krystallinsk stoff som kan fåes i handelen markedsført av en rekke kjemiske fabrikker, f.eks. Eastman Kodak, og kan fremstilles etter en fremgangsmåte beskrevet i Organic Synthesis, Cool. Vol. III, side 837. Et belegg med en tykkelse på 6 mikron og inneholdende denne forbindelse, har en absorpsjonsspektrumlinje 2 som vist på figur 1. Anvendelse av 2,4,7-trinitro-9-fluorenon som aktivator eller elektron akseptor med poly-N-vinylkarbazol er angitt i U.S. patent nr. 3.159.483, og med poly-N-lavere alkyl-karbazoler angitt i U.S. patent nr. 3.232.755. I begge disse patenter er høyeste aktivatormengde satt til 100 mol pr. 1000 mol fotoleder.

For å illustrere foreliggende oppfinnelse, er følgende beskrivelse under henvisning til figurene 1 til 3 basert på materialer i henhold til oppfinnelsen hvor den polymeriserte vinylkarbazol-forbindelse er den foretrukne poly-N-vinylkarbazol. Man vil forstå at de resultater som oppnås med disse materialer inneholdende poly-N-vinylkarbazol i det vesentlige vil være det samme som resultater fra forsøk med sammensetninger som inneholder vinyl-N-lavere alkyl-karbazolpolymerer.

Som vist på figur 1, er absorpsjonsspekterlinje 3 av et 6 mikron sjikt av en 1:1 molar sammensetning (163 vektprosent) 2,4,7-trinitro-9-fluorenon og N-vinylkarbazol-monomerenheter av poly-N-vinylkarbazol. Man vil se at absorpsjonsspektrene ifølge linje 1 og 2 av 2,4,7-trinitro-9-fluorenon alene og poly-N-vinylkarbazol alene, respektivt, ligger hovedsaklig i det ultrafiolette område, mens absorpsjonsspektret av et 1:1 molart forhold mellom disse forbindelser, som vist ved linje 3, har gått over til det elektromagnetiske spekterets synlig del. Når mol-forholdet for en slik sammensetning har nådd 0.49 : 1 (80 vektprosent), danner de to fargeløse forbindelser en mørkebrun sammensetning. Således er de fotoledende materialer i henhold til oppfinnelsen meget følsomme for farger, og muliggjør anvendelse med relativt billige lyskilder uten å tilsette fargestoffer til sammensetningen.

127881

På figur 2 er det vist en halv-logaritmisk kurve som viser den resiproke verdi av den nødvendige eksponeringstid som med en lyskilde kreves for å senke fotolederens negative ladning til halvparten av opprinnelig ladning, mot konsentrasjonen av 2,4,7-trinitro-9-fluorenon i poly-N-vinylkarbazol i 14 mikron-tykke sjikt. Man vil se at en 1 vektprosentig sammensetning av 2,4,7-trinitro-9-fluorenon i poly-N-vinylkarbazol har en relativ følsomhet på 0.8, og denne følsomhet holder seg i det vesentlig konstant opp til en tilsetning på 5 gram eller 5 vektprosent av 2,4,7-trinitro-9-fluorenon. Fra 5 til 20% blir det en gradvis følsomhetsøkning ved ytterligere tilsetning av 2,4,7-trinitro-9-fluorenon og ved en konsentrasjon på 20 vektprosent er den relative følsomhet 4.2. Ytterligere tilsetning av aktivator opp til 40 vektprosent har bare liten innvirkning på følsomheten for den fotoledende sammensetning, dvs. en økning av den relative følsomhet på bare 0.4 enheter opp til 4.6.

Hvis konsentrasjonen av 2,4,7-trinitro-9-fluorenon ligger over 20 vektprosent av den polymeriserte vinylkarbazol-forbindelse og spesielt hvis den har et molforhold på omkring 0.49 til ca. 1.23 av førstnevnte forbindelse til monomerenhetene i sistnevnte forbindelse, blir følsomheten øket betraktelig slik at sammensetningene kan benyttes i en optisk xerografisk kopieringsmaskin med høy hastighet. Som vist på figur 2, har et 1:1-molforhold (163 vektprosent) av 2,4,7-trinitro-9-fluorenon og N-vinylkarbazol-monomer-enheter av poly-N-vinylkarbazol, den foretrukne sammensetning, nådd 13.5, nesten 17 ganger større følsomhet enn en sammensetning inneholdende 1-5% 2,4,7-trinitro-9-fluorenon. Videre er følsomheten for sammensetningen inneholdende 0,49 til 1 i molforhold (80 vektprosent) opptil 1/2 gang så følsom som selen, og sammensetningen inneholdende 1:1 i molforhold (163 vektprosent) er omtrent like følsom som selen og kan således konkurrere med denne. Over en konsentrasjon på 200 vektprosent 2,4,7-trinitro-9-fluorenon i forhold til monomer-enheten i den polymeriserte vinylkarbazol-forbindelse, begynner noen av sammensetningene å bli krystallinske.

Sammen med øket følsomhet ved tilsetning av 2,4,7-trinitro-9-fluorenon, forandres ladningsopptaket også radikalt med øket konsentrasjon. Figur 3 viser f.eks. en halv-logaritmisk kurve av ladningsopptaket av både positive og negative ladninger mot konsentrasjonen av 2,4,7-trinitro-9-fluorenon i poly-N-vinylkarbazol. Man vil

127881

av disse kurver se at en vektprosent av 2,4,7-trinitro-9-fluorenon i poly-N-vinylkarbazol gir et høyt opptak av positiv ladning men bare opptar negativ ladning i liten grad. Ved et 14 mikron-tykt 1%-ig sjikt og med en 7000 volt corona utladningslampe, er ladningsopptaket med positiv corona 750 volt mens det bare er 225 volt med negativ corona. Når konsentrasjonen av 2,4,7-trinitro-9-fluorenon økes, faller ladningsopptaket fra positiv corona hurtig, og ladningsopptaket fra negativ corona begynner gradvis å øke med et krysningspunkt som ligger på omkring 10 vektprosent. Når konsentrasjonen av 2,4,7-trinitro-9-fluorenon er 40 vektprosent, er ladningsopptaket med positiv corona nede på 165 volt mens ladningsopptaket fra negativ corona har steget til 495 volt. En ytterligere økning i konsentrasjonen av 2,4,7-trinitro-9-fluorenon til 80 vektprosent forårsaker en svak senkning av ladningsopptaket av negativt corona og en ytterligere senkning av opptaket fra positiv corona. Fra dette punkt øker imidlertid ladningsopptaket fra negativ corona skarpt opp til et maksimum på 765 volt ved 163 vektprosent, mens ladningsopptaket fra positiv corona faller svakt med et laveste punkt på 75 volt.

Sjikt av fotoledende sammensetninger i henhold til foreliggende oppfinnelse fremstilles ved å oppløse den polymeriserte vinylkarbazol-forbindelse i et oppløsningsmiddel, fulgt av tilsetning av 2,4,7-trinitro-9-fluorenon til polymeroppløsningen og omrøring av blandingen i omkring 30 minutter. F.eks. fremstilles en spesiell sammensetning av disse stoffer som følger: 100 g 10%-ig (Vekt/vekt) polyvinylkarbazoloppløsning i tetrahydrofuran og 16.3 g 2,4,7-trinitro-9-fluorenon tilsettes polymeroppløsningen. Oppløsningen påføres et underlag, fortrinnsvis en matert (sandblåst) aluminiumsplate, enten med et skrapeblad plassert ved et gap på 0.18 mm, eller ved berøringspåføring, som med fordel kan brukes når belegning av store overflater skal utføres. Sistnevnte bestrykningsteknikk utføres med et kontinuerlig belte eller bånd som føres inn i bestrykningsoppløsningen på en slik måte at det danner seg en meniske mellom beltets overflate og oppløsningens overflate. Sjiktets tykkelse bestemmes av oppløsningens konsentrasjon, beltets hastighet og antall ganger beltet føres gjennom oppløsningen. Bestrykningshastigheten er fortrinnsvis ca. 60 cm pr. minutt og to gjennomføringen er tilstrekkelig til å gi den ønskede sjikttykkelse på omkring 18 mikron.

Selv om tetrahydrofuran er det foretrukne oppløsnings-

127881

middel, kan man benytte andre oppløsningsmidler som 1,2-dikloreten og klorbenzen. Aluminium har overfor vært nevnt som det foretrukne underlag for bestrykning, men et hvert materiale som tilfredsstiller kravene for elektrofotografering, f.eks. metall, glass, papir eller folier av elektroledende harpikser eller plaster kan brukes. Eksempler på andre egnede underlag er: krom, rustfritt stål, messing, kobber, beryllium-kobber, polyetylen tereftalat belagt med et tynt lag av aluminium eller kobber og "NESA"-glass.

De fotoledende sammensetninger i henhold til oppfinnelsen er nyttige ved vanlig xerografiske metoder hvor et elektrostatiske bilde dannes på et fotoledende element og det elektrostatiske bilde fremkalles. Dvs. det fotoledende element opplades elektrostatiske og eksponeres med et mønster av lys og mørke under dannelsen av elektrostatiske bilde. Deretter kan det elektrostatiske bilde enten fremkalles med en vanlig elektroskopisk fremkaller på det fotoledende element og det fremkalte bilde overført til vanlig papir, eller omvendt kan det elektrostatiske bilde overføres til et di-elektrisk papir og fremkalles med en elektroskopisk fremkaller, pulver eller væske. Om ønsket kan man benytte varme til fremkalling av det elektrostatiske bilde under dannelsen av et termoplastisk bilde. Videre kan det fotoledende sjikt som inneholder sammensetningen i henhold til oppfinnelsen overstrykes med et di-elektrisk sjikt under dannelsen av det fotoledende element. Videre kan den elektrostatiske oppladning og eksponering skje samtidig, som beskrevet i U.S. patent nr. 3.124.456. Selv om fotoledersammensetningen i henhold til oppfinnelsen er mest anvendelig ved optisk eksponering, kan sammensetningen også eksponeres ved vanlig kontaktkopiering.

Oppfinnelsen skal illustreres ytterligere under henvisning til nedenstående spesielle eksempler hvor følsomheten eller eksponeringshastigheten for en sammensetning inneholdende 163 vektprosent 2,4,7-trinitro-9-fluorenon i poly-N-vinylkarbazol, sammenlignet med følsomheten for handelsvanlig selen og en poly-N-vinylkarbazol-sammensetning inneholdende 20 vektprosent 2,4,7-trinitro-9-fluorenon. Videre foretas en sammenligning mellom fargefølsomheten for en 163%-ig sammensetning i henhold til oppfinnelsen og handelsvanlig selen. En stabilitetsprøve av den 163%-ige sammensetning er også angitt.

127881

Eksempel 1.

For å kunne sammenligne laget man to separate fotoledende plater ved å bestryke to 0.15 mm tykke aluminiumsplater med to separate fotoledende sammensetninger hvor den ene inneholdt 20% og den andre 163% 2,4,7-trinitro-9-fluorenon, angitt i vektprosent, i poly-N-vinylkarbazol. Begge sjikt var omkring 25 mikron tykke.

Til eksponeringen ble det benyttet et 10cm Xerox-kamera med en Wallensak linse 10-1/4", f/10, apokromatisk linse, med fire EBR 375 watt wolfram-lamper. Kameraets lukker ble satt slik at alle eksponeringene av begge plater varte i 10 sekunder. Begge plater ble fremkalt i en Xerox modell D-kopieringsmaskin hvor de ble oppladet til et overflatepotensial på -600 volt, kaskade-farget med toningsmiddel og fremkaller, og de tonede eller fargede bilder overført til papir. For å feste toningsmidlet til papiret ble det brukt et Xerox smelteapparat, og hver kopi ble oppvarmet i omkring 20 sekunder i smelteapparatet.

Først ble platen inneholdende 163% oppladet i kopieringsmaskinen og eksponert med en f/32 blenderåpning i 10 sekunder. Det elektrostatiske bilde ble fremkalt i maskinen og det fremkalte bildet overført til et kopieringsark og toneren fastsmeltet i smelteapparatet. Platen ble børstet ren med en bomullsklut. Man gjentok denne fremgangsmåte, bortsett fra valget av blenderstilling og platen ble eksponert tre ganger til. Blenderstillingene for disse tre eksponeringer var f/22, f/16 og f/10. Hver lavere blenderinnstilling ga omtrent dobbelt lysmengde.

Med samme fremgangsmåte og utstyr laget man fire kopier med en fotoledende plate inneholdende 20 vektprosent 2,4,7-trinitro-9-fluorenon. Platen ble hver gang oppladet, eksponert, fremkalt og det tonede bildet overført og platen renses på samme måte som platen inneholdende 163%. Eksponeringene for fremstilling av disse fire kopier skjedde med blenderinnstillinger på f/32, f/22, f/16 og f/10.

Nedenstående tabell angir kopikvaliteten med disse to fotoledende plater:

127881

Blenderinnstilling

Kopikvalitet

	<u>163%-plate</u>		<u>20%-plate</u>	
	<u>bilde</u>	<u>bakgrunn</u>	<u>Bilde</u>	<u>bakgrunn</u>
f/32	mørk	svak	mørk	sterk
f/22	mørk	nesten ingen	mørk	middels
f/16	mørk	ingen	mørk	svak
f/10	mørk	ingen	mørk	ingen

Ovenstående tabell viser ved sammenligning av kopi-kvaliteten at den fotoledende plate inneholdende 20% 2,4,7-trinitro-9-fluorenon trenger 10 sekunder eksponering ved en blenderinnstilling på f/10, mens den fotoledende plate inneholdende 163% 2,4,7-trinitro-9-fluorenon behøver 10 sekunders eksponering ved en blenderinnstilling på bare ca. f/22. Dette viser at 163%-platen er omkring 4 ganger mer følsom enn 20%-platen, hvilket er i god overensstemmelse med den sensitometriske kurve på figur 2.

Eksempel 2.

For sammenligning av de sensitometriske egenskaper for en fotoledende plate inneholdende 163% 2,4,7-trinitro-9-fluorenon i poly-N-vinylkarbazol med handelsvanlig selen ved maskinkjøring, ble det benyttet en automatapparaturl som omfattet: en oppladningsstasjon med variabelt regulerbar coronautlader, en eksponeringsstasjon med en lyskilde som både kunne bestå av en grønn fotokopieringslampe av 60 watt styrke og med apertur, og en kald hvit 15 watt's lampe, samt en 15 mm Ilex 7.5 cm f/1.9 ascilloparagon-linse, en fremkallingsstasjon for kaskade-toning, en toner-overføringsstasjon med corona-enhet, og en rensestasjon omfattende en pelsbørste som roterte med 1000 omdr./min. Bortsett fra påsmelting av toneren til papiret ved hjelp av en Xerox varmesmelter, ble alle de xerografiske trinn utført automatisk i apparaturen. Først ble en selentrommel av en type som er kjent i handelen montert på en dreibar aksel i maskinen og anbragt slik at alle overnevnte stasjoner befant seg i rekkefølge omkring trommelen. Trommelen ble satt i rotasjon ved oppladningsstasjonen og elektrostatisk oppladet ved å variere potensialet på corona-enheten slik at selen-trommelens overflatepotensial var +800 volt. Ved hjelp av den grønne fotolampen, ble den oppladete selen-trommel eksponert med blenderinnstilling på f/2.8 ved passering av eksponeringsstasjonen

127881

i en hastighet på 6 m/min. Ved fremkallingsstasjonen ble en negativ toner og fremkaller som kunne fåes i handelen kastet i kaskade over det elektrostatiske bilde for å fremkalle det. Etter overføring av det tonede bilde til papir ved overføringsstasjonen med corona-enheten på baksiden av papiret ved omkring +7000 volt, ble trommelen rensed ved hjelp av pelsbørsten ved rensestasjonen og var klar for neste kopi. Det ble gjort fire ytterligere kopier med blenderinnstillinger på f/4, f/5.6, f/8, f/11 og f/16, med de andre betingelser som ovenfor.

Derpå ble den grønne fotolampen tatt ut og erstattet med en kald hvit lampe som overfor angitt. Man fremstilte 6 kopier på selen-trommelen med samme fremgangsmåte som ovenfor bortsett fra at blenderinnstillingene begynte ved f/1.9 og sluttet ved f/11. Dvs. blenderinnstillingen på f/1.9, f/2.8, f/4, f/5.6, f/8 og f/11.

For sammenligning ble den handelsvanlige selen-trommel fjernet fra maskinen og erstattet med en trommel som hadde et 17 mikron belegg av fotoledende sammensetning inneholdende 163 vektprosent 2,4,7-trinitro-9-fluorenon i poly-N-vinylkarbazol på en mattert (sandblåst) 0.15 mm's aluminiumsplate. Toner og fremkaller ble skiftet til den handelsvanlige positive toner og fremkaller i eksempel 1, og polariteten for corona-enheten ved oppladningsstasjonen og toneroverføringsstasjonen ble slått over til motsatt polaritet. Dvs. corona-enheten ved oppladningsstasjonen ble satt slik at den ga et overflatepotensial på -800 volt på den fotoledende sjikt og corona-enheten ved overføringsstasjonen ble satt på et potensial på ca. -7000 volt. Forøvrig ble maskinen drevet på samme måte som med den kjente selen-trommel. Med ovenstående grønne fotolampe fremstilte man 6 kopier i maskinen ved å eksponere med 6 m i minuttet med linsen satt i samme blenderinnstillinger som for de 6 kopier på selen-trommelen. Dvs. linsen ble satt på f/2.8, f/4, f/5.6, f/8, f/11 og f/16.

For en endelig sammenligning, ble den grønne fotolampen tatt ut og ovenstående kalde hvite lampe innsatt. Igjen ble polariteten ved corona-enheten ved oppladnings- og toneroverføringsstasjonene negative istedenfor positive som ved de handelsvanlige selen-tromler, og man benyttet handelsvanlig positiv toner og fremkaller. Forøvrig var betingelsene nøyaktig de samme, således eksponeringen ved ca. 6 m pr. minutt. Man fremstilte 6 kopier med blenderinnstillinger f/2.8, f/4, f/5.6, f/8, f/11 og f/16.

127881

Alle ovenstående 24 kopier ble påsmeltet individuelt i Xerox smelteapparat hvor hver kopi ble oppvarmet i omkring 20 sek.

Nedenstående tabell beskriver kvaliteten av kopiene som ble laget for sammenligning mellom den handelsvanlige selentrommel og den fotoledende sammensetning i henhold til foreliggende oppfinnelse:

Blenderinnstilling			Kopikvalitet	
<u>1:1 molar</u>			<u>selen</u>	
<u>Hvitt lys</u>				
	<u>bilde</u>	<u>bakgrunn</u>	<u>bilde</u>	<u>bakgrunn</u>
f/1.9	middels	ingen	svak	ingen
f/2.8	mørk	ingen	middels	ingen
f/4	mørk	ingen	mørk	ingen
f/5.6	mørk	ingen	mørk	ingen
f/8	middels til mørk	ingen	mørk	ingen
f/11	svak til middels	ingen	svak til middels	svak
<u>Grønt lys</u>				
f/2.8	middels	ingen	svak	ingen
f/4	mørk	ingen	middels til mørk	ingen
f/5.6	mørk	ingen	mørk	ingen
f/8	mørk	ingen	mørk	ingen
f/11	mørk	ingen	mørk	ingen
f/16	svak til middels	svak	svak	svak

Hvis man definerer følsomhet som den minste eksponering som kreves for å oppnå en godtagbar kopi (høyeste blendertall) viser ovenstående tabell ved sammenligning av kopikvalitetene at sammensetningen inneholdende 163 vektprosent (1:1 molar) er raskere enn selen når sammensetningen eksponeres med en grønn fotolampe, fordi f/11 var nødvendig for selen-kopieringen mens f/16 var nesten tilstrekkelig for 163%-sammensetningen. Videre har 163%-sammensetningen (1:1 molar) 1-2 blendertall større spillerom enn selen og større bildetetthet ved høyeste blendertall f/16. Med hvitt fluoriserende lys var 163%-sammensetningen (1:1 molar) omtrent likeverdig med selen

127881

14

i følsomhet idet f/8 var nødvendig for selen mens f/8 ikke var fullt tilstrekkelig for 163%-sammensetningen.

Eksempel 3.

Med samme automatapparatatur som beskrevet i eksempel 2, ble både 163% (1:1 molar)-sammensetningen og selen sammenlignet for fargefølsomhet. Dvs. man fremstilte kopier ved både grønne fotolamper og hvite fluoriserende lamper fra følgende originaler i alle kombinasjoner av følgende trykkfarger: (sort helio (purpur), blå, grønn, brun, orange og gul) på følgende bakgrunnsfarger: (blått, gult, grønt, brunt, orange og rødt). Fra denne sammenligning fant man at fargefølsomheten for 163%-sammensetningen (1:1 molar) var bedre enn følsomheten for selen både med grønne og hvite lamper. Man fant også at selen hadde bedre fargefølsomhet med grønn bestråling enn med hvit bestråling mens det omvendte er tilfelle for 163%-sammensetningen.

Eksempel 4.

Med samme automatapparatatur som beskrevet i eksempel 2 og den samme 163 vektprosentige 2,4,7-trinitro-9-fluorenon i poly-N-vinylkarbazol-fotoledersammensetningen, fremstilte man 5000 kopier for å utprøve stabiliteten for den fotoledende sammensetning. Alle kopiene hadde utmerkede mørke bilder og, på grunn av en svak filmdannelse på fotolederen, kom det frem en svak bakgrunn etter den 4000. kopi. Denne langvarige kopieringsprøve viser den gode kjemiske stabilitet for foreliggende oppfinnelles fotoledende materiale.

P a t e n t k r a v.

Organisk fotoledende materiale inneholdende en polymerisert heterocyklisk vinylforbindelse som det fotoledende grunnmateriale (elektronondonator) samt 2,4,7-trinitro-9-fluorenon som aktivatormateriale (elektronakseptor), k a r a k t e r i s e r t v e d at aktivatormaterialets vekt utgjør 80-200% av det fotoledende grunnmaterialets vekt.

Anførte publikasjoner:

Britisk patent nr. 990368
U.S. patent nr. 3159483, 3232755 (96-1,6)

127881

8193

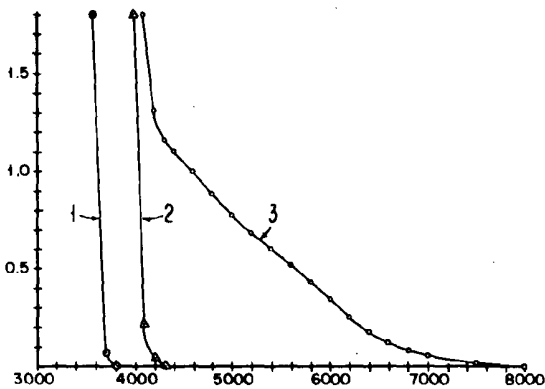


FIG. 1

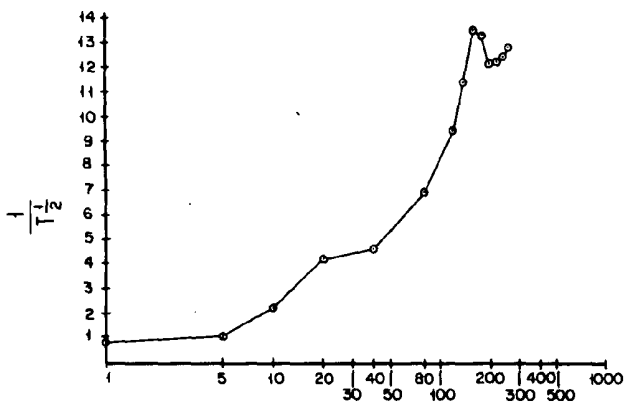


FIG. 2

2,4,7-TRINITRO-9-FLUORENON-KONCENTRATION
(GRAM/100GRAM POLY-N-VINYLCARBAZOL)

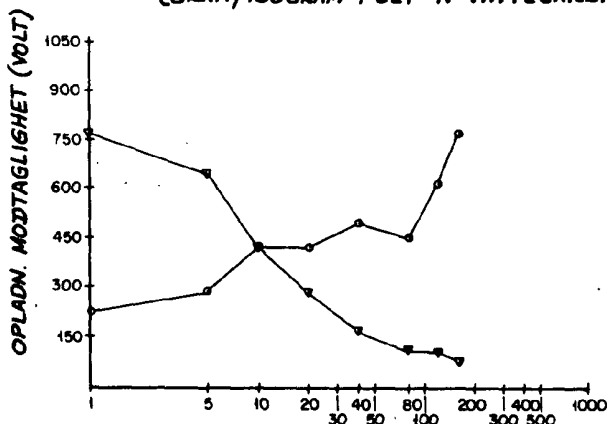


FIG. 3

2,4,7-TRINITRO-9-FLUORENON-KONCENTRATION
(GRAM/100 GRAM POLY-N-VINYLCARBAZOL)