

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3834656号
(P3834656)

(45) 発行日 平成18年10月18日(2006.10.18)

(24) 登録日 平成18年8月4日(2006.8.4)

(51) Int. Cl.	F I
G03G 5/06 (2006.01)	G03G 5/06 371
G03G 5/00 (2006.01)	G03G 5/00 101
G03G 5/05 (2006.01)	G03G 5/05 101

請求項の数 5 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2003-530765 (P2003-530765)	(73) 特許権者	591194034
(86) (22) 出願日	平成14年9月4日(2002.9.4)		レックスマーク・インターナショナル・インコーポレーテッド
(65) 公表番号	特表2005-526267 (P2005-526267A)		LEXMARK INTERNATIONAL, INC
(43) 公表日	平成17年9月2日(2005.9.2)		アメリカ合衆国 40550 ケンタッキー、レキシントン、ウェスト・ニュー・サークル・ロード 740
(86) 国際出願番号	PCT/US2002/028024		
(87) 国際公開番号	W02003/027184	(74) 代理人	100076222
(87) 国際公開日	平成15年4月3日(2003.4.3)		弁理士 大橋 邦彦
審査請求日	平成16年5月26日(2004.5.26)	(72) 発明者	ニーリー、ジェニファー、ケイ
(31) 優先権主張番号	09/964,031		アメリカ合衆国 80504 コロラド、ロングモント、テトン 3284
(32) 優先日	平成13年9月26日(2001.9.26)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 タイプ I 及びタイプ I V のチタニルフタロシアニンを含む電荷発生層

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

導電性支持層と、樹脂バインダ中に感光性材料を有する電荷発生層と、電荷移動層とを含む光導電体であって、その改良物が、前記感光性材料がタイプ I のチタニルフタロシアニンとタイプ I V のチタニルフタロシアニンとの混合物であることを含む光導電体。

【請求項 2】

前記混合物が、3.3% のタイプ I のチタニルフタロシアニンと 6.7% のタイプ I V のチタニルフタロシアニンである、請求項 1 に記載の光導電体。

【請求項 3】

前記樹脂バインダが、ポリビニルブチラールと、エピクロロヒドリンとビスフェノール A の反応生成物であるエポキシ樹脂との混合物であることによっても特徴付けられる、請求項 1 又は 2 に記載の光導電体。

【請求項 4】

前記タイプ I のチタニルフタロシアニンが分散体中で前粉碎され、その後に前記タイプ I のフタロシアニンと前記タイプ I V のフタロシアニンとが混合され更に粉碎されることによって更に特徴付けられる、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の光導電体。

【請求項 5】

前記前粉碎が、前記分散体中でバインダ樹脂を用いないでまず行われ、次いで、前記分散体中で前記バインダ樹脂を用いて行われる、請求項 4 に記載の光導電体。

【発明の詳細な説明】

10

20

【技術分野】

【0001】

発明の分野

本発明は、チタニルフタロシアニンのような電荷発生化合物を含む電荷発生層に関する。本発明はまた、このような電荷発生層を含む光導電体に関する。

【背景技術】

【0002】

発明の背景

電子写真技術では、まず光導電性材料のような画像部材の表面を均一に帯電し、次いでこの表面を光で選択的に露光することによって、画像部材表面に潜像を形成する。光に露光される表面部分と露光されない表面部分間に、静電電荷密度の差が形成される。静電トナーによって、静電潜像が可視像に現像される。このトナーは、光導電体表面、現像電極及びトナーの相対的な静電電荷に依存して光導電体表面の露光部分又は非露光部分のいずれかに引き付けられる。電子写真用の光導電体は、単一層、或いは、二層以上から形成される積層（複層タイプ及び構造）とすることができる。

10

【0003】

一般的には、電子写真用の二層光導電体は、金属の接地用平面部材のような基板を備え、この基板の上に、電荷発生層（CGL）と電荷移動層（CTL）とがコーティングされる。電荷移動層は、ホール移動物質又は電子移動物質からなる電荷移動物質を含有する。簡単のために以下の説明では、電荷移動化合物としてホール移動物質を含有する電荷移動層を用いた場合について記載する。電荷移動層がホール移動物質ではなく電子移動物質を含有するものであってもよく、光導電体表面に発生する電荷がここで説明するのと反対の極性であってもよいことは、当業者に理解されるであろう。

20

【0004】

ホール移動物質を含有する電荷移動層は電荷発生層の上に設けられる場合には、通常は光導電体表面に負電荷が形成される。これとは逆に、電荷移動層の上に電荷発生層が設けられる場合には、通常は光導電体表面に正電荷が形成される。従来、電荷発生層は、電荷発生化合物又は電荷発生分子の単独物、及び／又は、これらとバインダとの混合物を含む。電荷移動層は、通常は電荷移動化合物又は電荷移動分子を含有するポリマーバインダを含む。電荷発生層内の電荷発生化合物は、画像形成のための光放射に対して感応性であり、このような光放射を吸収する結果として内部に電子ホールを発生させる。電荷移動層は、通常、画像形成のための光放射を吸収せず、電荷移動化合物が負に帯電された光導電体表面へのホールの移動を担う。このタイプの光導電体は、アドレイ（Adley）らの米国特許第5,130,215号及びバルディス（Balthis）らの米国特許第5,545,499号に開示されている。

30

【特許文献1】：米国特許第5,130,215号

【特許文献2】：米国特許第5,545,499号

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

40

通常、電荷発生層は、ポリマーバインダと共に又はこれを含まない、電荷発生の顔料又は染料（フタロシアニン、アゾ化合物、スクアライン等）を含む。電荷発生層中の顔料又は染料は、通常は、金属基板に有効に結合又は接着する能力を有していないので、ポリマーバインダは一般に電子写真プロセスに対して不活性であるが、顔料／染料を含有する安定なディスパージョンを形成し、かつ、金属基板に対する良好な接着特性を有する。電荷発生層に関連する電氣的感度は、用いられるポリマーバインダの性質によって影響を受ける。ポリマーバインダは顔料と共に良好なディスパージョンを形成するが、これも金属基板に接着する必要がある。

【課題を解決するための手段】

【0006】

50

印刷品質における改良は常に求められており、カラープリンタはグラフィック能力の顕著な範囲を示すので、特にカラープリンタの場合に求められる。このような範囲は無彩色スケール能力の機能であり、無彩色スケールは、非常に微細な要素のパターンで混合カラー及び背景を印刷することによって得られる。本発明は、より一貫した応答を有するように光導電体の感度を制御することによって、改善された無彩色スケールを達成するものである。

【発明の効果】

【0007】

発明の概要

このような応答は、本発明に従ってタイプ I チタニルフタロシアニンとタイプ I V チタニルフタロシアニンの両方を用いることによって得られる。驚くべきことに、感光性のレベルを組合せることによってこれらの材料は機能し、その結果、所望の感光性が高い信頼度をもって再現できる。好ましくは、混合物を粉砕する前に、タイプ I チタニルフタロシアニンが前粉砕される。

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

詳細な説明

光導電体の長所における一つの形態は V 対 E 曲線であり、ここで、V は光導電体の電圧であり、E はレーザエネルギーである。下記図 1 に示されるようなこれらの曲線は、通常は、“膝”を示す。与えられる V 対 E に対しては、ブラック頁の光学密度又はホワイト頁上の背景レベルのような（すなわち、適切な現像及び背景のベクトル）他の印刷品質性能と妥協することなく良好な無彩色スケールを生じるレーザエネルギーの最適範囲が存在する。レーザ・プリントヘッドに対する適切なエネルギー範囲は、曲線の“膝”の近傍であってその下方に存在するようである。プリントヘッドのパワーが、 0.35 マイクロジュール (J) / cm^2 のような所定の限界以下で操作できない場合に、良好な性能を維持するためには、V 対 E 曲線の“膝”を適当なエネルギー範囲に同調させる必要がある。本発明は、チタニルフタロシアニン顔料の混合物を用いることによってこの同調が達成可能であることを容認するものである。チタニルフタロシアニンは多くの結晶形態を示すが、ここで興味あるものはタイプ I 及びタイプ I V である。チタニルフタロシアニン混合物におけるタイプ I とタイプ I V の異なる比率に対する V 対 E が、下記に示される（図 1、表 1）：

【0009】

【表 1】

表 1

I V / I の比率	V@ $0.00 \mu J$ / cm^2	V@ $0.22 \mu J$ / cm^2	V@ $0.33 \mu J$ / cm^2	V@ $1 \mu J/cm^2$	暗衰微 1 秒
0/100	-738.95	-437.96	-345.78	-79.65	8.4
100/0	-742.52	-72.91	-52.87	-41.78	18.2
67/33(a)	-744.58	-164.24	-61.38	-28.94	23.2
50/50(a)	-740.39	-185.89	-88.23	-39.78	14.3
33/67(a)	-739.31	-259.43	-130.86	-35.36	15.7
67/33(b)	-737.36	-149.12	-74.52	-40.77	21.3
50/50(b)	-734.56	-217.81	-105.40	-39.40	19.9

(a) : 分散体を別個に粉砕し、次いで混合した。

(b) : タイプ I 及び I V の顔料をいっしょに粉砕した。

【0010】

V 対 E 曲線の低エネルギー領域において、光導電体の感度はタイプ I の添加と共に減少し、曲線の高 - エネルギー領域において、光導電体の残存電圧は変化しない（又は一様に減少する）。換言すれば、残存電圧が変化しないままで、V 対 E 曲線の“膝”がエネルギー

10

20

30

40

50

一軸（ x 軸）に沿って移動する。これは、これらの顔料混合物の興味ある特徴である。低エネルギーで感度を減少させるのに用いられる通常の配合物変化の幾つかは、残存ポテンシャルを増加する傾向がある。バインダに対する顔料の比率が小さいものを用いると、例えば、低エネルギー領域での感度が減少するが、図2に示されるように望ましくないことであるが残存電圧が増加するであろう。バインダに対する顔料の比率が45/55～30/70に減少すると、0.22マイクロJ/cm²における電圧が47V（絶対値）増加するが、残存電圧は21V増加する。

【0011】

低エネルギーにおいて感度を減少させるのに用いられる他の良く - 知られた配合手段は、CG層の光学密度を減少させることである。しかしながら、低CG光学密度での所定の基板に対する印刷において、望ましくないモイレ（Moire）パターンが現れる。実際に、モイレパターンを防止するのに1.4以上のCG光学密度が必要である。

【0012】

また、タイプIとタイプIVの混合物の全ては、100%のタイプIVにおけるのと少なくとも同じ程度良好な（通常は、バインダに対する顔料の比率が低い配合物での場合ではない）優れた暗衰微性能を示す。

【0013】

CG層における、タイプIVに対するタイプIの三つの異なる比率を備えた光導電体を、雰囲気条件下で約30,000回の印刷を行なった。レーザ・プリントヘッド・パワーは、0.6マイクロJ/cm²で一定であった。静電テスターのエネルギー・スケールはプリンタのスケールとは異なっており、プリンタにおける0.7マイクロJ/cm²が静電テスターにおける約0.35マイクロJ/cm²に相当する。図1及び図2におけるデータは静電テスターを用いて得られたものであり、図3、4及び5におけるデータはプリンタを用いて得られたものである。

【0014】

この場合には、127のグレーレベルを含む印刷マスターを用いて無彩色スケール領域を目視で評価した。無度色スケールは、“ホワイト上のブラック”ボックス（BOW）に一端で結び付けられ、これは最も明るい識別可能なグレーレベルである（すなわち、ホワイトの背景上におけるブラックのドット）。逆に、無彩色スケールは、“ブラック上のホワイト”ボックス（WOB）に他端で結び付けられ、これは最も暗い識別可能なグレーレベルである（すなわち、ブラックの背景上におけるホワイトのドット）。無彩色スケールのWOB側の場合には、ブラックの対角線が参照の役割を果たすためにグレーボックスを通して走り：対角線がグレーの背景から最早区別されないと、WOBの限界に到達する。表2に示されるように、タイプIの含有量が増加すると無彩色スケール領域は増加する。

【0015】

【表2】

表2

タイプI/ タイプIVの 比率	100%タイプIV	50%タイプI 50%タイプIV	33%タイプI 67%タイプIV
WOB	15	4	11
BOW	127	127	127

【0016】

疲労や寿命の終わりへの変化のような他の要因は、上述の混合物とタイプIVのみとは顕著な相違はなかった。他の印刷品質特性に関しては、例えば、“全ブラック”頁の光学密度はタイプIの含有量にはむしろ依存せず、幸いなことにタイプIの量の増加と共に明るくならなかった。背景レベルは、全てのディスパージョンに対して同等であった。

【0017】

電圧対エネルギー曲線（図1）の膝における変化を除いて、混合物はタイプIVのみと

10

20

30

40

50

機能的に同じようである。L^{*}（明度）対グレーレベルの測定（図3）によって、無彩色スケールの改善もまた確認された。この場合、印刷マスターは255のグレーレベルを有していた。安定性に対するこのような曲線の理想的な形状は直線であるが、実際には達成されない。しかしながら、タイプI/タイプIV組成物についての曲線は対応する100%タイプIV組成物より更に直線的であり、更に直線的であることが望ましい。図3には、100%タイプIV、ならびに、66%タイプIV及び34%タイプIにおいて、異なるグレーレベルに対してL^{*}（明度）がプロットされている。

【0018】

認識可能なグレーレベルのパーセンテージは電荷発生層の光学密度と共に僅かに減少するが、光学密度の影響はレーザエネルギー及びタイプIのパーセンテージの影響に比べて小さい。タイプI/タイプIVの混合物により、無彩色スケール範囲を犠牲にすることなく、望ましい0.6~0.7 $\mu\text{J}/\text{cm}^2$ の範囲での操作が可能となる。

【0019】

全255のレベルから認識可能なグレーレベルのパーセンテージとして測定された無彩色スケール範囲が、タイプIの含有量と共に減少し、かつ、レーザパワーの減少と共に増加することを表3は示す。

【0020】

【表3】

表3

タイプI/ タイプIVの 比率	100%タイプIV	33%タイプI 67%タイプIV	50%タイプI 50%タイプIV
0.6マイクロ J/cm ²	76	81.5	83
0.7マイクロ J/cm ²	73.5	78.5	79.5

【0021】

前述のデータは、実験室スケールで調製したタイプIのディスパージョンとタイプIVのディスパージョンに対するものである。

【0022】

同様の無彩色スケール評価を、製造スケールで調製したタイプI/タイプIVのディスパージョンを用いて行った。この評価では、印刷マスターは127のグレーレベルを有していた。タイプI/タイプIVの混合物は、この場合は33/67であるが、100%タイプIVに比べて無彩色スケール範囲におけるかなりの改善を示す（表4）。

【0023】

【表4】

表4

ドラムID	WOB	BOW	無彩色 スケール	放電 0.7 μJ	全ブラック OD	スロープ (0.7~0.75)
100% タイプIV	20	125	105	-44	1.67	67
67/33 タイプIV/I (a)	13	124	111	-75	1.65	173
67/33 タイプIV/I (b)	12	124	112	-89	1.67	220
67/33 タイプIV/I (c)	10	123	113	-77	1.67	200

【0024】

ここで報告する放電電圧は、二つのエネルギーレベルである0.7及び0.75マイクロJ/cm²に対してプリンタにおいて測定した。

【0025】

タイプⅠ／タイプⅠⅤの混合物は、タイプⅠⅤ単独よりも感度の低い光導電体を生成した。所望されるように、ブラック頁（全ブラックOD）の光学密度はタイプⅠ顔料の存在によって影響を受けなかった。67/33タイプⅠⅤ／ⅠのCGディスパージョン（a）及び（b）は調製が異なっている。（a）はタイプⅠ顔料に対して前粉碎段階を有しておらず、（b）はタイプⅠの1時間の前粉碎段階を有していた。67/33タイプⅠ／ⅠⅤの（c）と（b）は同じCGを有しており、（c）は実験室スケールでコーティングされたが、（b）は製造スケールでコーティングされた。

【0026】

図4及び5は、感度の減少と共に無彩色スケール範囲が増加し、かつ、興味あるエネルギーにおけるV対E曲線の傾斜の増加と共に無彩色スケール範囲が増加する（図5）ことを示す。プリントヘッド・エネルギーにおいてV対E曲線の傾斜が増加すると無彩色スケールが改善されるという事実は、V対E曲線の“L”形状が好ましくないことを意味する。換言すると、興味あるエネルギー（プリンタにおける約0.7マイクロJ/cm²又は静電テスターにおける0.35マイクロJ/cm²、図1参照）においてV対E曲線は完全に平坦であるべきでない。例えば図1において、純粋なタイプⅠⅤの曲線は、0.35マイクロJ/cm²で水平であるが、Ⅰ／ⅠⅤの混合物は下向きの傾斜を有する。

【0027】

実施態様

上記で議論し、かつ下記で述べる実施態様では全て、導電性支持体としてシールされた陽極酸化されたアルミニウムコア、ならびに、同重量部のポリビニルブチラール（セキスイ（Sekisui）ケミカル（Chemical）カンパニー（Co.）から、BX-55Zとして商業的に販売されている）とエポキシ樹脂（シェル（Shell）ケミカルズ（Chemicals）によって、EPON1004として商業的に販売されている）とから成るバインダを用いている。この実施態様では外側の電荷移動層が設けられ、この電荷移動層は電荷発生層の特性を含むので、本発明に影響を及ぼすことなく広範に変えられることは明らかである。代表的な電荷移動層は、少量のシリコンマイクロスフェアとシリコンオイルを備えたポリカーボネート・バインダ中のトリアリールアミン等である。

【0028】

BX-55Zポリビニルブチラールは、約98,000g/モルの数平均分子量Mn、ならびに、ユニットx、y及びz（それぞれブチラール、エチルアルコール及びアセテート部）が多少ランダムである図6の一般式を有する。

【0029】

EPON1004は、図7に示すように、エピクロロヒドリンとビスフェノールAの反応生成物であり、約4,294g/モルの重量平均分子量MWを有する。

【0030】

ディスパージョン調製

通常、バインダ（すなわち、BX-55Zポリビニルブチラール及びEPON1004）を含むタイプⅠⅤフタロシアニン顔料と溶剤（メチルエチルケトン及びシクロヘキサノン）との高濃度のディスパージョンを所定時間粉碎し、次いで、溶剤を含むディスパージョンの濃度を低下させて最終的な固体含有量にすることによって、純粋なタイプⅠⅤのディスパージョンが調製される。良好なコーティング品質（目視検査によって判断された）を示すディスパージョンを得るためには、タイプⅠ／タイプⅠⅤ混合物のディスパージョンの処理が修正されなければならないことが見出された。

【0031】

タイプⅠⅤフタロシアニンは粉碎条件に対して非常に敏感であり、苛酷過ぎる粉碎条件下において低感光性の形態への相転換を受ける。他方では、小さな粒径のディスパージョンはより均一なコーティングを形成する傾向が（一般に）あるので、このようなディスパージョンが望ましい。したがって、均一性の要求と感度との釣り合いが必要である。更に、タイプⅠディスパージョンは、良好な“コーティング性”を備えたディスパージョンを

10

20

30

40

50

得るために、タイプⅠⅤよりも多くの粉碎を必要とする傾向がある。したがって、タイプⅠ／ⅠⅤのディスパージョンを粉碎する好適な方法では、タイプⅠⅤ顔料を混合する前にタイプⅠを前粉碎することが決定された。実験室的な粉碎を含む全ての粉碎機には、攪拌ビーズ粉碎機を用いた。他の粉碎機も好適に用いられる。

【 0 0 3 2 】

異なるディスパージョンの処理段階（純粋なタイプⅠⅤチタニルフタロシアニン、ならびに、タイプⅠとタイプⅠⅤの混合されたチタニルフタロシアニン）は、表 5 及び 6 にまとめられている。（注：下記に示される粉碎時間は粉碎チャンバ内での滞留時間を言う；MEK はメチルエチルケトンと言う。）

【 0 0 3 3 】

【表 5】

表 5 （ 1 0 0 %タイプⅠⅤ、前粉碎なし、全ての重量はグラム）

	粉碎ベース	レットダウン	全配合物
タイプⅠⅤ	7 5 . 6 1	0	7 5 . 6 1
B X 5 5 Z	1 6 . 3 8	2 9 . 8 2	4 6 . 2 1
E P O N 1 0 0 4	8 . 8 2	3 7 . 3 8	4 6 . 2 1
シクロヘキサノン	3 2 2 . 6	8 4 . 8 5	4 0 7 . 4 5
MEK	8 0 . 6 5	4 9 4 4 . 5 7	5 0 2 5 . 2 2

【 0 0 3 4 】

【表 6】

表 6 （タイプⅠの前処理を伴う 33%タイプⅠ／67%ⅠⅤ混合物、全ての重量はグラム）

	前粉碎	粉碎ベース	レットダウン	全配合物
タイプⅠⅤ	0	116.7	0	116.7
タイプⅠ	58.34	58.34	0	58.34
B X 5 5 Z	0	37.92	69.04	106.97
E P O N 1 0 0 4	0	20.42	86.55	106.97
シクロヘキサノン	256.7	746.83	196.43	943.26
MEK	171.13	186.71	11446.87	11633.58

【 0 0 3 5 】

異なるディスパージョンは、マルバーン（M a l v e r n）ゼータ（Z e t a）寸法測定器ⅠⅤを用いた粒径で特徴付けられる。また、これら特定のディスパージョンは、実験室スケールの粉碎機と製造用の粉碎機との間の中間容量の“スケール - アップ”粉碎機で調製した。粒径分布が図 8 に示され、平均粒径は表 7 にまとめられている。

【 0 0 3 6 】

10

20

30

【表 7】

表 7

#	分散体	平均直径 n m	多分散値
A	100%タイプIV	194.4	0.055
B	67/33タイプIV/I 前粉碎なし	220.1	0.190
C	67/33タイプIV/I 前粉碎1時間	213.5	0.127

- (A) 100%タイプIV：バインダに対する顔料の比率45/55で、タイプIVチタニルフタロシアニン顔料、ならびに、50/50BX55ZPVB/EPONバインダを含有する。
- (B) I/I Vの前粉碎なし：67/33のIV/I顔料で、バインダに対する顔料の比率はディスパージョンAと同じであり、バインダにおける比率もディスパージョンAと同じである。
- (C) I/I Vの1時間前粉碎：1時間前粉碎を行うが、ディスパージョン組成はディスパージョンAと同じである。

10

【0037】

ディスパージョンA(100%タイプIV)は三つのうちで最も小さな平均粒径を有し、単一分散系であった。ディスパージョンB(67/33IV/I、前粉碎なし)は最も大きな粒径を有し、多分散系であった。ディスパージョンCは、ディスパージョンAの平均粒径と全く同じ程小さいというわけではないが、ディスパージョンBに比べて小さな平均粒径を示す；特に重要なことは、その多分散系の強度はディスパージョンBに比べて小さい。

20

【0038】

前粉碎段階の継続時間が最適化される。表8は、タイプIの前粉碎段階における過剰粉碎によって、粒径の増加と共に感度の減少が引き起こされることを示す。

【0039】

【表 8】

表 8

#	タイプ I 前粉碎	V @ 0.33 $\mu\text{J}/\text{cm}^2$	V @ $1\mu\text{J}/\text{cm}^2$	平均直径 nm	多分散値
D	前粉碎なし	-84	-49	224.2	0.14
E	前粉碎1時間	-75	-42	215.8	0.09
F	前粉碎2時間	-91	-45	223.8	0.12

30

【0040】

1時間の前粉碎が、最適な前粉碎時間のようにであった。粒径の増加に対する一つの可能な説明は、顔料粒子は小径になると再凝集することである。この論点を解決するために、ここで“バインダ安定化段階”と言う更なる段階を含むように粉碎工程を修正した。

【0041】

更なるバインダ安定化段階

修正されたこの粉碎工程は下記段階を含む：

- ・タイプI顔料と溶剤との前粉碎
- ・バインダ安定化段階：粉碎ベースへのバインダの添加及び更なる前粉碎
- ・タイプIVの添加（粉碎ベースに乾燥顔料を添加するような）及び粉碎段階
- ・濃度を低下させる段階

【0042】

40

【表 9】

表 9

	前粉碎	バインダ 安定化	粉碎ベース	レットダウン	全配合物
タイプ I V	0	0	116.7	0	116.7
タイプ I	58.34	58.34	58.34	0	58.34
B X 5 5 Z	0	37.92	37.92	69.04	106.97
E P O N 1 0 0 4	0	20.42	20.42	86.55	106.97
シクロヘキサノン	256.7	746.83	746.83	196.43	943.26
M E K	171.13	186.71	186.71	11446.87	11633.58

10

【 0 0 4 3 】

表 9 において、“前粉碎”、“バインダ安定化”及び“粉碎ベース”とは、異なるディスパージョンの組成物が、前粉碎段階、バインダ安定化段階及び全粉碎段階のそれぞれの間に粉碎されることを言う。レットダウンはシクロヘキサノンと M E K 中の B X 5 5 Z と E P O N 1 0 0 4 の溶液であり、最終的なディスパージョンを得るために、最終工程段階の間に粉碎ベースに添加される。バインダ安定化段階では、E P O N 及び B X 5 5 Z のバインダが、粉碎ベース混合物に添加される前に、通常、M E K / シクロヘキサノンの溶剤混合物に溶解される

【 0 0 4 4 】

表 1 0 は、実験室スケールで調製したディスパージョンに関し、粒径の大きなものについて説明する。実験室スケールの粉碎機で処理したディスパージョンは、通常、スケール - アップした粉碎機又は製造スケールの粉碎機で処理された同じ組成物のディスパージョンと比べて大きな粒径を示す。所望のように、バインダ安定化段階により平均粒径が減少する結果となり、バインダ安定化段階によって、粒径の減少によって生じる再凝集化又は粉碎時間の追加が防止される。C G コーティングにおける全体的な品質（目視観察によって判断された）の改善もまた観察された。0 . 3 3 マイクロ J / c m ² における放電電圧はバインダ安定化ディスパージョンに対して 1 3 V 高かったが、未だ望ましい範囲内にある。

20

【 0 0 4 5 】

【表 1 0】

表 1 0

#	前粉碎 (h)	バインダ 安定性 (h)	粉碎	V @ 0.33 μ J / c m ²	V @ 0.33 μ J / c m ²	平均直径 nm	多分散値
G	1.5	0	1	-75.87	-36.28	288.6	0.30
H	1.5	0.5	1	-89.05	-48.03	254.9	0.07

30

【 0 0 4 6 】

ディスパージョン処理の両タイプ（すなわち、タイプ I の前粉碎 / タイプ I / I V の粉碎又はタイプ I の前粉碎 / バインダの前 - 安定化段階 / タイプ I / I V 粉碎）は、製造レベルでスケール - アップされた。処理の両タイプによって、同様の粒径と所望の電気的性能とを備えたディスパージョンが生成された。バインダ安定化段階は、タイプ I 顔料の過剰粉碎の可能性に対する幾つかの保護、ならびに、粒径とコーティング品質が確実に増加する問題に対する保護を与えるように、幾つかの利点を与える。

40

【 0 0 4 7 】

異なる粉碎段階の実施例に挙げられた時間は、用いられる粉碎機のタイプによって変わるであろう。

【 0 0 4 8 】

これらのタイプ I / タイプ I V のディスパージョンに用いられるバインダは、E P O N 1 0 0 4 と B X 5 5 Z のみを含んでいた。無彩色スケールの改善のためにタイプ I / タイ

50

プ I V の混合物を用いることは、追加バインダとしてポリシロキサンを含有するバインダ
 ような他のバインダシステムにも拡張された

【 0 0 4 9 】

このバインダ又は他のバインダ、導電性基板、電荷移動層などにおける変更は、本発明
 によって用いられるタイプ I とタイプ I V とのチタニルフタロシアン混合物の電気的
 特性に実質的に影響を及ぼさない。

【 0 0 5 0 】

詳細な説明に記載される本発明は、図面との結合の観点においてより完全に理解される
 であろう。

【図面の簡単な説明】

10

【 0 0 5 1 】

【図 1】図 1 は、タイプ I とタイプ I V の単独物及び混合物に対する、放電電圧対エネ
 ルギーのプロットである。

【図 2】図 2 は、低顔料比率を用いて得られた高残存電圧を示す、放電電圧対エネ
 ルギーのプロットである。

【図 3】図 3 は、タイプ I V 単独物、ならびに、タイプ I とタイプ I V との混合物に対
 する、 L^* 対グレーレベルのプロットを示す。

【図 4】図 4 は、放電電圧対認識可能な無彩色スケールを示す。

【図 5】図 5 は、 $0.7 \text{ マイクロ J} / \text{cm}^2$ におけるエネルギー曲線に対する放電電圧の
 傾斜対無彩色スケールを示す。

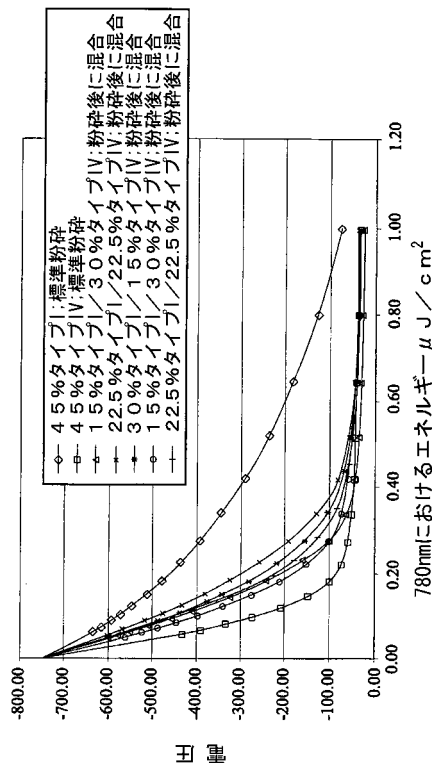
20

【図 6】図 6 は、バインダとして用いられるポリビニルブチラルの構造式である。

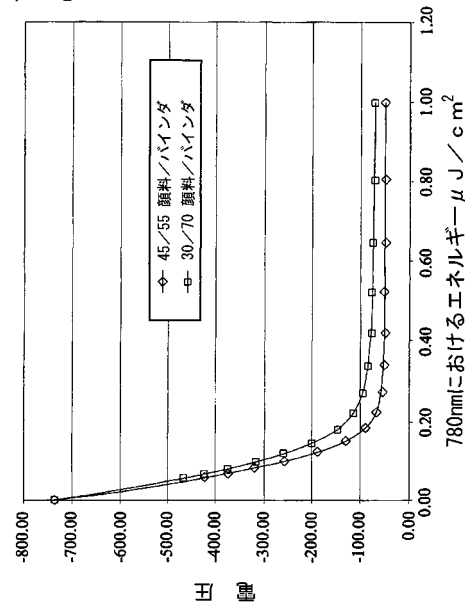
【図 7】図 7 は、バインダとして用いられるエポキシ樹脂の構造式である。

【図 8】図 7 は、異なるディスパージョンと調製方法に対する粒径分布のプロットである

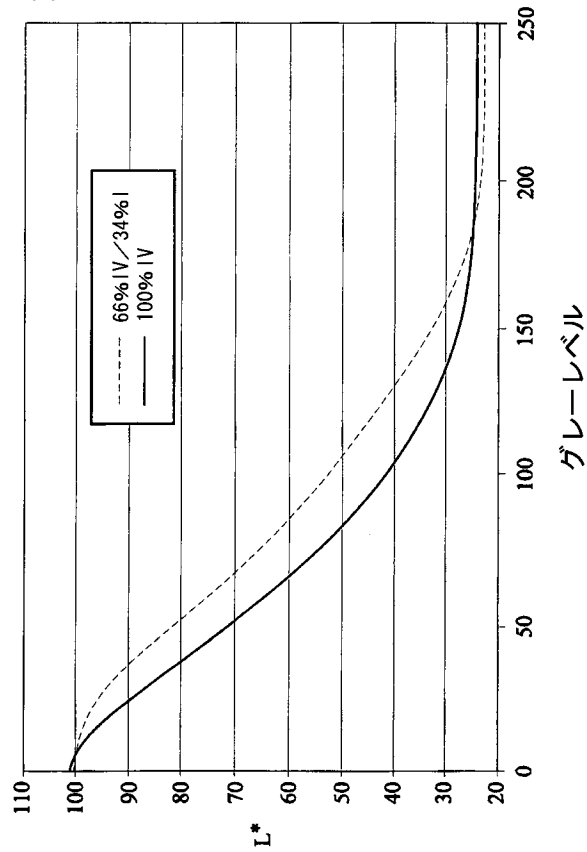
【図 1】



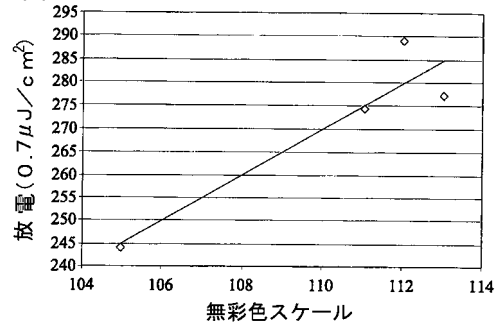
【図 2】



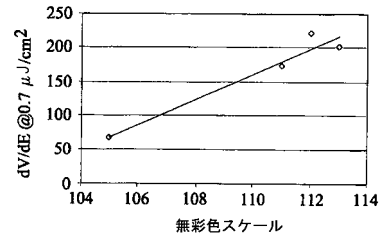
【図 3】



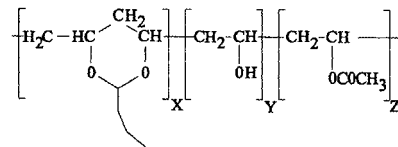
【図 4】



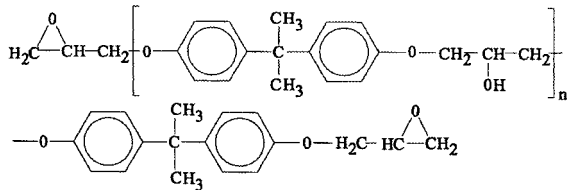
【図 5】



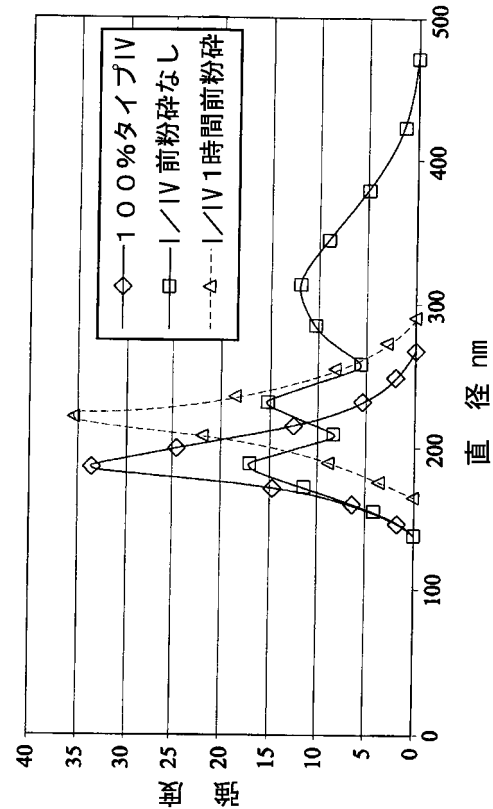
【図 6】



【図 7】



【図 8】



フロントページの続き

(72)発明者 ランドルフ・キャサリン・マイレ

アメリカ合衆国 8 0 5 0 3 コロラド、ロングモント、ウエスト・サセックス・コート 7 9 1
6

審査官 磯貝 香苗

(56)参考文献 特開平 1 1 - 2 1 4 6 6 (J P , A)

特開平 8 - 2 3 1 8 7 8 (J P , A)

特開平 6 - 1 1 0 2 3 9 (J P , A)

米国特許第 4 8 8 2 4 2 7 (U S , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

G03G 5/06

G03G 5/00

G03G 5/05