

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3970364号
(P3970364)

(45) 発行日 平成19年9月5日(2007.9.5)

(24) 登録日 平成19年6月15日(2007.6.15)

(51) Int.CI.

F 1

G03G 5/06 (2006.01)

| | | |
|--------|------|-------|
| GO 3 G | 5/06 | 3 1 1 |
| GO 3 G | 5/06 | 3 1 4 |
| GO 3 G | 5/06 | 3 1 5 |
| GO 3 G | 5/06 | 3 1 6 |
| GO 3 G | 5/06 | 3 1 9 |

請求項の数 7 (全 23 頁)

(21) 出願番号 特願平8-354460
 (22) 出願日 平成8年12月19日(1996.12.19)
 (65) 公開番号 特開平9-190002
 (43) 公開日 平成9年7月22日(1997.7.22)
 審査請求日 平成15年12月17日(2003.12.17)
 (31) 優先権主張番号 576234
 (32) 優先日 平成7年12月21日(1995.12.21)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

(73) 特許権者 398038580
 ヒューレット・パッカード・カンパニー
 HEWLETT-PACKARD COMPANY
 アメリカ合衆国カリフォルニア州パロアルト ハノーバー・ストリート 3000
 (74) 代理人 100087642
 弁理士 古谷 聰
 (74) 代理人 100076680
 弁理士 溝部 孝彦
 (72) 発明者 ケ・チエ・ヌグエン
 アメリカ合衆国カリフォルニア州ロス・アルトス ファーンダン・アベニュー 1808

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】電子写真素子及びその組立方法

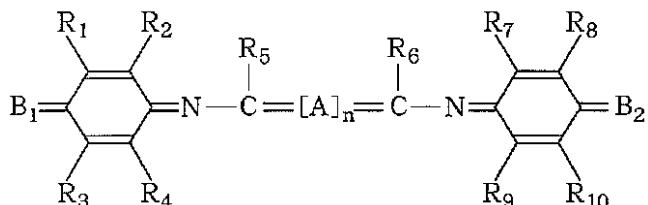
(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

電子写真印刷に使用するための、電荷発生領域と電荷輸送領域とを含み且つ電導性基板上に形成された電子写真素子であって、前記の電荷輸送領域が、一般式(I)で表される少なくとも1つの電子輸送剤を含むことを特徴とする電子写真素子。

【化1】

一般式(I)



10

ここで、

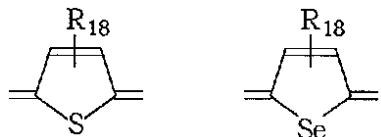
(a) n = 0、B₁ = B₂ = Oあるいはジシアノメチレン、R₁ = R₃ = R₈ = R₁₀ = CH₃、C₃H₇、OCH₃、あるいはC₆H₅、R₂ = R₄ = R₇ = R₉ = H、R₅ = HあるいはCH₃、及びR₆ = H、CH₃あるいはCOOC₃H₇、又は、

(b) n = 0、B₁ = O、B₂ = Oあるいはジシアノメチレン、R₁ = R₃ = C₃H₇、R₈ = R₁₀ = CH₃、及びR₂ = R₄ = R₅ = R₆ = R₇ = R₉ = H、又は、

20

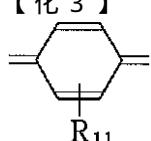
(c) $n = 0$ 、 $B_1 = B_2 = O$ 、 $R_1 = R_{10} = C_6H_5$ 、 $R_2 = R_4 = R_5 = R_6 = R_7 = R_9 = H$ 、 $R_3 = R_8 = C_6H_4 - COOCH_3$ 、又は、

(d) $n = 1$ 、 $A =$ 下式で表されるものの1つ(式中、 $R_{18} = H$ あるいは CH_3)、
【化2】



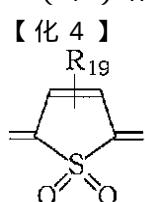
$B_1 = B_2 = O$ 又はジシアノメチレン、 $R_1 = R_3 = R_8 = R_{10} = CH_3$ 、 C_3H_7 、
 OCH_3 あるいは C_6H_5 、及び $R_2 = R_4 = R_5 = R_6 = R_7 = R_9 = H$ 、又は、

(e) $n = 1$ 、 $A =$ 下式で表されるもの(式中、 $R_{11} = H$)、
【化3】



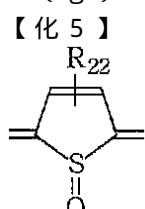
$B_1 = B_2 = O$ あるいはジシアノメチレン、 $R_1 = R_3 = R_8 = R_{10} = CH_3$ 、 C_3H_7 、あるいは t -ブチル、及び $R_2 = R_4 = R_5 = R_6 = R_7 = R_9 = H$ 、又は、

(f) $n = 1$ 、 $A =$ 下式で表されるもの(式中、 $R_{19} = CH_3$)、
【化4】



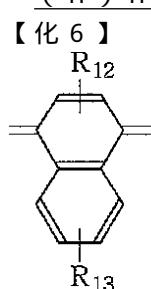
$B_1 = B_2 = O$ あるいはジシアノメチレン、 $R_1 = R_3 = R_8 = R_{10} = C_3H_7$ 、及び
 $R_2 = R_4 = R_5 = R_6 = R_7 = R_9 = H$ 、又は、

(g) $n = 1$ 、 $A =$ 下式で表されるもの(式中、 $R_{22} = CH_3$)、
【化5】



$B_1 = B_2 = O$ 、 $R_1 = R_3 = R_8 = R_{10} = C_3H_7$ 、及び $R_2 = R_4 = R_5 = R_6 = R_7 = R_9 = H$ 、又は、

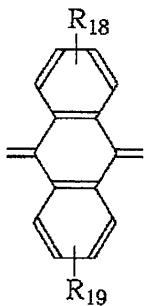
(h) $n = 1$ 、 $A =$ 下式で表されるもの(式中、 $R_{12} = R_{13} = H$)、
【化6】



$B_1 = B_2 = O$ 、 $R_1 = R_3 = R_8 = R_{10} = CH_3$ 、及び $R_2 = R_4 = R_5 = R_6 = R_7 = R_9 = H$ 、又は、

(i) $n = 1$ 、 $A =$ 下式で表されるもの(式中、 $R_{18} = R_{19} = H$)、
50

【化7】



10

$B_1 = B_2 = O$ 、 $R_1 = R_3 = R_8 = R_{10} = CH_3$ 、及び $R_2 = R_4 = R_5 = R_6 = R_7 = R_9 = H$ 、又は、

(j) $n = 1$ 、 $A = -CH - CH =$ 、 $B_1 = B_2 = O$ 、 $R_1 = R_3 = R_8 = R_{10} = C_4H_9$ 、及び $R_2 = R_4 = R_5 = R_6 = R_7 = R_9 = H$ である。

【請求項2】

前記電子写真素子が、前記電導性基板の上面に形成された電荷発生層のさらに上面に形成された電荷輸送層を包含し、且つ前記電子輸送剤が、前記電荷輸送層に混入している請求項1に記載の電子輸送剤。

【請求項3】

前記電子写真素子が、前記電導性基板の上面に形成されたホール(正孔)輸送層のさらに上面に形成された電子輸送/電荷発生の組合せ層を包含し、且つ前記電子輸送剤が、前記電子輸送/電荷発生の組合せ層に混入している請求項1に記載の電子輸送剤。

20

【請求項4】

請求項1記載の電子写真素子に、請求項1記載の構造を有する少なくとも1つの電子輸送剤を混入させることを包含する請求項1記載の電子写真素子の組立方法。

【請求項5】

前記少なくとも1つの電子輸送剤が、10~80wt%の範囲の量でバインダーに混入される請求項4に記載の方法。

【請求項6】

前記バインダーが、熱硬化性ポリマー及び熱可塑性ポリマーから成る群から選択されている請求項5に記載の方法。

30

【請求項7】

前記少なくとも1つの電子輸送剤が、薄膜状に形成されている請求項4に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、全般的に、電子写真印刷に関し、より詳細には、電子写真印刷において有用な特有の電子輸送剤に関する。

【0002】

【技術背景】

電子写真(electrophotographic EP)レーザ印刷では、絶縁性の光伝導材料の選択表面領域上に形成された潜像を、普通紙、塗工紙、(伝導性又は絶縁性の)透明基体、又は中間転送媒体のような、像レシーバーへ転送するための、顔料成分と熱可塑性成分とを含有するトナーを用いる。

40

【0003】

レーザプリンタ産業では、多色画像に対する需要がある。画像の品質は、5μm未満の平均粒径を有するドライトナーを含む小粒子現像剤を利用する技術を含む、多数のアプローチによって高めることができる; 例えば、米国特許第4,927,727号; 第4,968,578号; 第5,037,718号; 及び第5,284,731号。しかし、1μm未満の粒径を有する電子写真用ドライトナーは、特異領域が増大するため作成が非常に困

50

難であり、従って、液体トナーがサブミクロン・ゼログラフ(xerographic)用現像剤の実用的作製法に対する解法の1つとなっていることも分かっている。

【0004】

液体トナーは、液体キャリヤー媒質、即ち、通常は特定の炭化水素溶液、に分散された顔料成分と熱可塑性成分とから成る。液体トナーに関しては、多色画像を作るのに、基本印刷色(黄色、マゼンタ、シアン、及び黒色)を、光伝導体表面、及びそこから枚葉紙又は中間転送媒体に、順番に適用してよいことが見い出されている。

【0005】

今日、市場に出ている有機光伝導体製品は、一般的に云えば、主成分として電荷発生層(CGL)と電荷輸送層(CTL)とから成る二重層のOPCである。これらの層に加えて、光伝導体本体は、他の材料を下塗り又は上塗りして、基板への付着性を改善するか、又は耐表面磨耗性を改善するか、又は画像転送効率を改善するために表面付着性を減じてよい。下塗り層又は上塗り層を追加した有機光伝導体(OPC)は、有機光レセプター(OPR)となり、様々な電子写真システムの設計に即座に使えるものである。

10

【0006】

市場に出回っている殆どの多層OPRは、厚いホール(正孔)輸送層を薄いCGLの最上面に配した負帯電のOPCである。これは、標準の、又は慣用の、二重層OPCと呼ばれている。慣用の場合では、CGLは、通常、不活性バインダーに分散された、含量が約90wt%未満の範囲にある光伝導性の顔料又は染料を包含する。100%の顔料含有CGLは可能であり、この場合、顔料CGLは、薄膜の形で真空蒸着される; 例えば、米国特許第4,578,334号参照。分散安定化機能に加えて、CGLバインダーはまた、付着性についても重要な役割を演ずる。

20

【0007】

正帯電OPCも知られており、この場合は、厚い電子輸送層を薄いCGLの最上面に配する。電子輸送分子は、正バイアスの下で、電子を輸送できる分子である。

【0008】

電子輸送剤の利点は、主キャリヤーが電子である場合の、正帯電の光レセプターの設計に当たって見い出すことができる。この設計では、電子輸送剤も、それが最小の表面電荷注入(surface charge injection)を示す故、光レセプターについて優れた電気的安定性をもたらすものと期待されている。

30

【0009】

他方、電子輸送分子の設計に関する課題は、電子輸送剤が一般に嵩張る故、種々のタイプのバインダーでの溶解性と相容性に関連する。

【0010】

4-チオピラン、ジシアノフルオレノン、イミン、ジフェノベンゾキノン、及びスチルベン・ジフェノベンゾキノンの諸誘導体を含む、様々な電子輸送剤が開示されている; 例えば、米国特許第5,013,849号; 第5,034,293号; 及び第5,213,923号参照。しかし、4-チオピランは高価であり、前記化合物の殆どは、CTL形成に用いられるバインダーとの相容性が劣っており、且つこれらの化合物の殆どは、電子移動度の範囲が限定されるという欠点を持つ。

40

【0011】

【発明の目的】

従って、本発明は、従来技術の輸送剤に関わる諸問題の、全てではなくても、殆どを避けることができる電子輸送剤を提供し、この電子輸送剤を用いて電子写真素子を提供することを目的とする。

【0012】

【発明の概要】

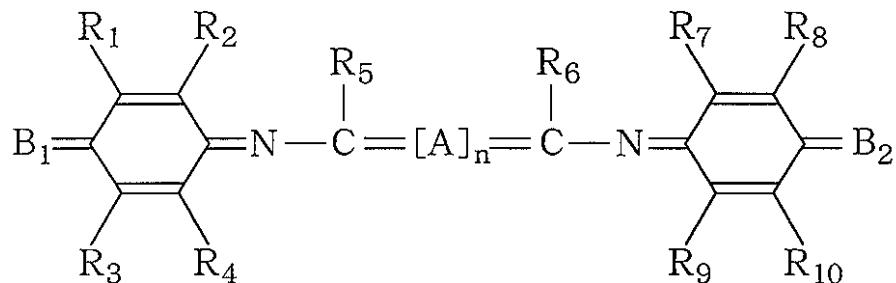
本発明に沿って、ジイミノキノンの誘導体は、電子輸送剤として有効である。本発明のジイミノキノンは、次の一般式(I)で表され:

【0013】

50

【化5】

一般式 (I)



10

【0014】

ここで、

(a) $n = 0$ 、 $B_1 = B_2 = O$ あるいはジシアノメチレン、 $R_1 = R_3 = R_8 = R_{10} = C_3H_3$ 、 C_3H_7 、 OCH_3 、あるいは C_6H_5 、 $R_2 = R_4 = R_7 = R_9 = H$ 、 $R_5 = H$ あるいは CH_3 、及び $R_6 = H$ 、 CH_3 あるいは $COOCH_3$ 、又は、

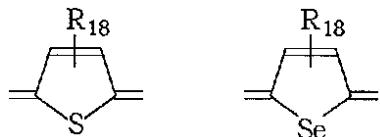
20

(b) $n = 0$ 、 $B_1 = O$ 、 $B_2 = O$ あるいはジシアノメチレン、 $R_1 = R_3 = C_3H_7$ 、 $R_8 = R_{10} = CH_3$ 、及び $R_2 = R_4 = R_5 = R_6 = R_7 = R_9 = H$ 、又は、

(c) $n = 0$ 、 $B_1 = B_2 = O$ 、 $R_1 = R_{10} = C_6H_5$ 、 $R_2 = R_4 = R_5 = R_6 = R_7 = R_9 = H$ 、 $R_3 = R_8 = COOCH_3$ 、又は、

(d) $n = 1$ 、 A = 下式で表されるものの1つ(式中、 $R_{1-8} = H$ あるいは CH_3)、

【化2】

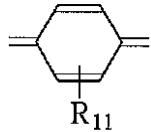


30

$B_1 = B_2 = O$ 又はジシアノメチレン、 $R_1 = R_3 = R_8 = R_{10} = CH_3$ 、 C_3H_7 、 OCH_3 あるいは C_6H_5 、及び $R_2 = R_4 = R_5 = R_6 = R_7 = R_9 = H$ 、又は、

(e) $n = 1$ 、 A = 下式で表されるもの(式中、 $R_{1-1} = H$)、

【化3】

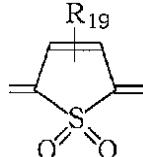


40

$B_1 = B_2 = O$ あるいはジシアノメチレン、 $R_1 = R_3 = R_8 = R_{10} = CH_3$ 、 C_3H_7 あるいはt-ブチル、及び $R_2 = R_4 = R_5 = R_6 = R_7 = R_9 = H$ 、又は、

(f) $n = 1$ 、 A = 下式で表されるもの(式中、 $R_{1-9} = CH_3$)、

【化4】



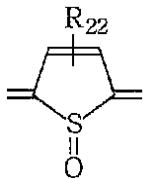
$B_1 = B_2 = O$ あるいはジシアノメチレン、 $R_1 = R_3 = R_8 = R_{10} = C_3H_7$ 、及び

50

R₂ = R₄ = R₅ = R₆ = R₇ = R₉ = H、又は、

(g) n = 1、A = 下式で表されるもの(式中、R₂₂ = C₃H₃)、

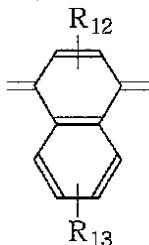
【化5】



B₁ = B₂ = O、R₁ = R₃ = R₈ = R₁₀ = C₃H₃、及びR₂ = R₄ = R₅ = R₆ = R₇ = R₉ = H、又は、

(h) n = 1、A = 下式で表されるもの(式中、R₁₂ = R₁₃ = H)、

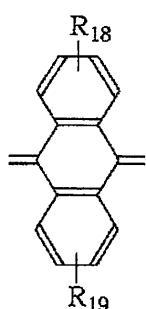
【化6】



B₁ = B₂ = O、R₁ = R₃ = R₈ = R₁₀ = C₃H₃、及びR₂ = R₄ = R₅ = R₆ = R₇ = R₉ = H、又は、

(i) n = 1、A = 下式で表されるもの(式中、R₁₈ = R₁₉ = H)、

【化7】



B₁ = B₂ = O、R₁ = R₃ = R₈ = R₁₀ = C₃H₃、及びR₂ = R₄ = R₅ = R₆ = R₇ = R₉ = H、又は、

(j) n = 1、A = C₄H - C₄H =、B₁ = B₂ = O、R₁ = R₃ = R₈ = R₁₀ = C₄H₉、及びR₂ = R₄ = R₅ = R₆ = R₇ = R₉ = Hである。

【0017】

本発明のジイミノキノン誘導体は、安価な材料であり、長いアルキル鎖(n = 0, 1, 2)の存在により殆どのバインダーに対して優れた溶解性と相容性を有するものである。

【0018】

【発明の好ましい実施の態様】

次に、図を参照して本発明を説明するが、図では、類似の構成要素に同じ符号を付す。図1は、本発明の電子輸送剤が使える1つの光伝導性の発生及び輸送層の構成10を示すものである。この具体例では、伝導性支持体12は、下層をなすウェブ(図示せず)への付着性を改善するために、ウェブ即ち下層のような、基板16上に形成された、典型的にはアルミニウムから成る、電導性層14を含む。ウェブ、例えば、ドラムは、よく知られているように、電子写真用プリンタ及びコピー機において1構成部品として用いられるものである。電荷発生層(CGL)18は、電導性層14の上に形成される。CGL18は、典型的には、バインダーに分散させるか又は薄膜としてデポジットさせた、光伝導性顔料又は染料、もしくは他によく知られた光伝導性無機材料(非晶質セレン(a-Se)、a

10

20

30

40

50

- As₂Se₃、a-AsSeTe、非晶質のSi、ZnO、CdS、及びTiO₂を含む)から成る。

【0019】

適當な光伝導性顔料と染料の例としては:

- (a) 準安定型のフタロシアニン顔料: 金属を含まないx-形、-形のフタロシアニン顔料(x-H₂Pc)、-、-、-形の銅フタロシアニン顔料(CuPc)、チタニルフタロシアニン顔料(TiOPcX₄、ここでXはH、F、Cl、Br、I)、バナジルフタロシアニン顔料(VOPc)、マグネシウムフタロシアニン顔料(MgPc)、亜鉛フタロシアニン顔料(ZnPc)、クロロインジウムフタロシアニン顔料(ClInPc)、プロモインジウムフタロシアニン顔料(BrInPc)、クロロアルミニウムフタロシアニン顔料(ClAlPc)、ヒドロキシガリウムフタロシアニン、及びその類;
- (b) ピロロピロール(pyrrollo pyrole)顔料;
- (c) テトラカルボキシミドペリレン顔料;
- (d) アンタントロン顔料;
- (e) ビス-アゾ、-トリシアゾ、及び-テトラキスアゾ顔料;
- (f) 酸化亜鉛顔料;
- (g) 硫化カドミウム顔料;
- (h) 六方晶セレン;
- (i) スクアリリウム(squarilium)染料; 及び
- (j) ピリリウム染料

がある。

【0020】

顔料及び染料に使える適當なバインダーの例としては、ポリビニルカルバゾール、ポリスチレン、ポリシラン、ポリカーボネート、ポリイミド、ポリゲルマン、ポリエステル、ポリビニルブチラール(PVB)、フルオロポリマー、シリコン樹脂、及びその他の当分野でよく知られているような材料がある。さらに別の適當なバインダーとしては、Khe C. Nguyen等により1994年8月8日に米国出願されたSerial No. 08/287, 437、名称“Reusable Inverse Composite Dual-Layer Organic Photoconductor Using Specific Polymers Available for Diffusion Coating Process with Non-Chlorinated Solvents”に開示されているような、そのフレキシブルなバックボーンの故にポリマー配座において高度のフレキシブル性を有し、且つ約120℃を下回るガラス転移温度を有する、熱硬化性及び熱可塑性のポリマーが含まれる。これらの追加バインダーは、特定のビニルポリマーを包含する。使用時の、バインダー中の顔料又は染料の濃度範囲は、約10~80wt%である。

【0021】

電荷発生層18も、上述の光伝導性材料の薄膜であってもよい。薄膜電荷発生層18は、好都合にも、真空蒸着、スパッタリング、グロー放電、及びその類を含む真空技術の技法により作製される。この薄膜が使われる場合、バインダーは不要である。

【0022】

電荷輸送層(CTL)20は、CGL18の最上面に形成され、本発明の1つ以上の電子輸送剤をバインダー中に含む。バインダーは、前述の在来のバインダーの何れか、並びに、やはり前述したK.C.Nguyen等による米国出願に記載されているような、約120℃より低いガラス転移温度を有する重縮合ポリマー又は特定のビニルポリマーから成ってよい。

【0023】

図1に示すように、光h₁は、電子輸送層20を通過して、電荷発生層18中に電子(-)/ホール(+)対を生じさせる。電子は、電子輸送層20を通してその外表面へ輸送され、ここで選択的に静電表面電荷21(“+”で表示)を放電し; ホールは電導層14へ

10

20

30

40

50

移動する。

【0024】

図2では、別方式の光伝導性発生及び輸送層の構成10aを示す。ホール輸送層24は、電導性基板16上に形成される。ホール輸送層24は、限定するものではないが、典型的には、トリアリールメタン、トリアリールアミン、ヒドロゾン、ピラゾリン、オキサジアゾール、スチリル誘導体、カルバゾリル誘導体、チオフェン誘導体、ポリシラン、ポリゲルマン、及びその類を含む在来のホール輸送分子の何れかから成る。この具体例では、電子輸送及び電荷発生機能は、CGL24上に形成された単一層26で与えられる。電子輸送/電荷発生層26は、適当なバインダー中に本発明の電子輸送剤を含有する。光h₁₀は、電子輸送/電荷発生層26において電子/ホール対を発生させる。その電子は、この層26の表面へ輸送され、ここで選択的に静電表面電荷21を放電し；ホールは、ホール輸送層24を通して電導層14へ運ばれる。

【0025】

図3では、さらに別の光伝導性発生及び輸送層の構成10bを示す。ホール輸送層24は、電導性層14上に形成され、別の電荷発生層28を支持し、この電荷発生層は、上述のように、典型的には、バインダー中の電荷発生分子（顔料又は染料）の何れかと、該電荷発生層の最上面に形成される電子輸送層30とから成る。電子輸送層30は、適当なバインダー中に本発明の電子輸送剤を含有し、正電荷注入阻止層として作用する。光h₂₀は、電荷発生層28において電子/ホール対を発生させる。その電子は、電子輸送層30を通してその外表面へ輸送され、ここで選択的に静電表面電荷21を放電し；ホールは、ホール輸送層24を通して電導層14へ運ばれる。

【0026】

図4では、さらに別の光伝導性発生及び輸送層の構成10cを示す。本発明の1つ以上のホール輸送分子と、1つ以上の電子輸送分子とを包含し、且つ電荷発生をもたらす層32は、ホール輸送層24の最上面に形成される。光h₂₀は、電荷発生層32において電子/ホール対を発生させる。その電子は、電荷発生層32の外表面へ移動し、ここで選択的に静電表面電荷21を放電し；ホールは、ホール輸送層24を通して電導層14へ運ばれる。

【0027】

図5では、さらに別の光伝導性発生及び輸送層の構成10dを示す。単一層34は、本発明の1つ以上の電子輸送剤を含む、電荷輸送分子と、バインダー中の電荷発生分子の両方を含有する。この単一層34は、電導性層14上に直に形成する。電荷の極性（正電荷に対しては21a、負電荷に対しては21b）は、この単一層34の表面に表されており、電荷輸送分子の優位性に依存する、二極性であってよい。

【0028】

本発明の電子輸送剤は、前記化1の一般式（I）で表されるジイミノキノンの誘導体から成る。

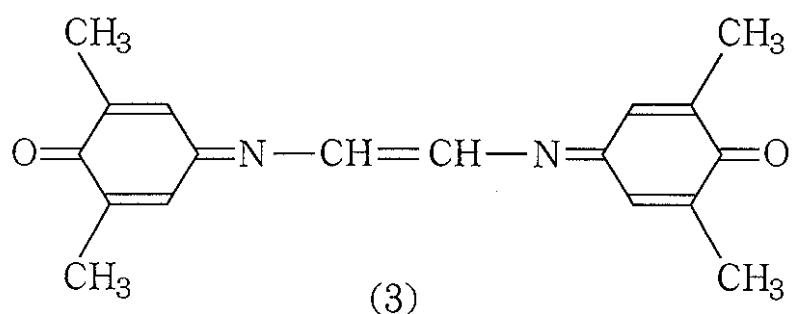
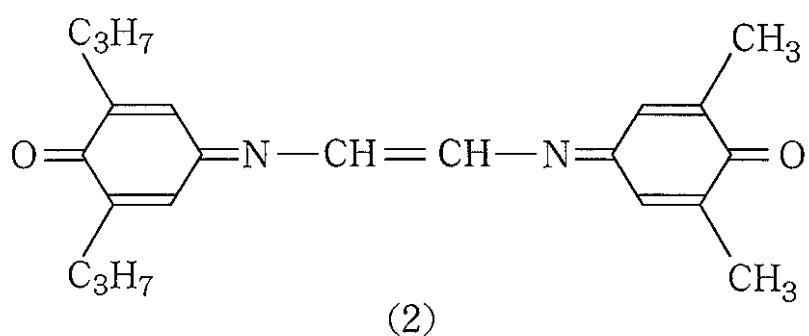
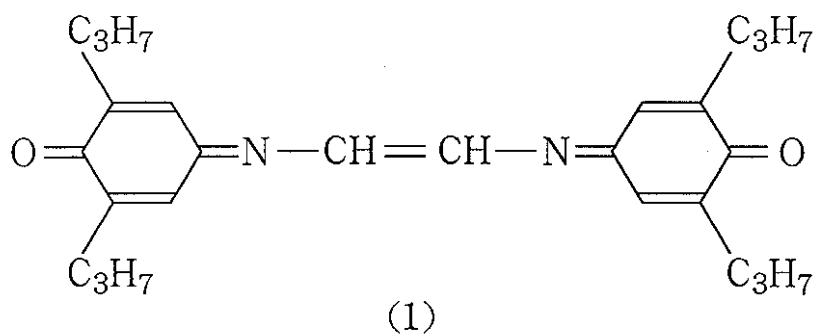
【0029】

本発明のジイミノキノン誘導体は、安価な材料であり、合成に必要なのは僅かに2段階だけであり、長いアルキル鎖の存在により殆どのバインダーに対して優れた溶解性と相容性を有し、且つ高い電子移動度を呈するものである。これらの誘導体の多くは、市販されている。他で記述された飛行時間法によって、この種の材料の電子移動度が約 $10^{-3} \sim 10^{-5}$ V / sec. cm² の範囲で検出される。それ故、本発明のジイミノキノン誘導体は、ジシアノメチレンフルオレノン誘導体、4-チオピラン、及びその類に匹敵するか又はそれらより優れている。

特に好ましい化合物には、以下のものが含まれる：

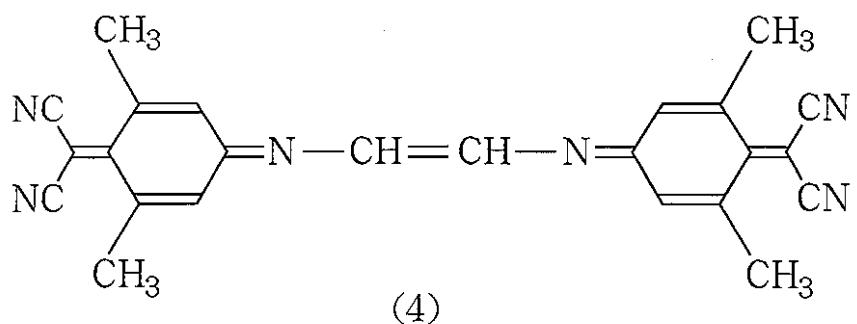
【0030】

【化9の1】



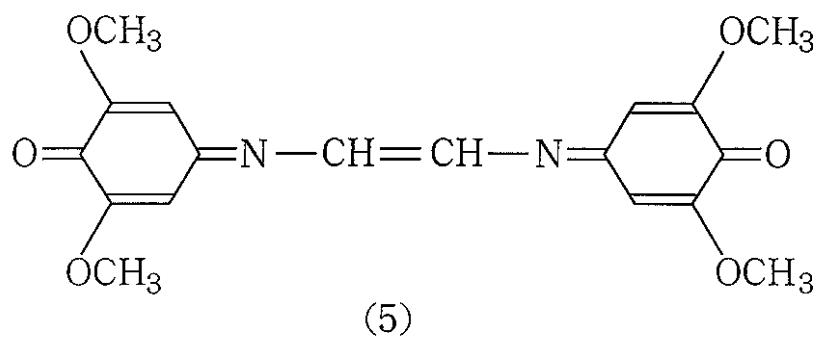
【0031】
【化9の2】

40



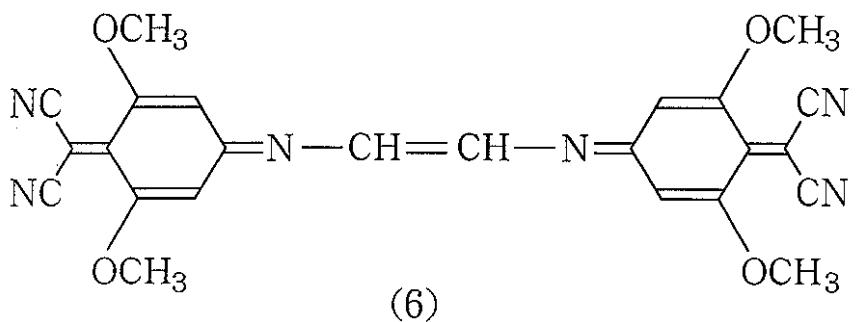
(4)

10



(5)

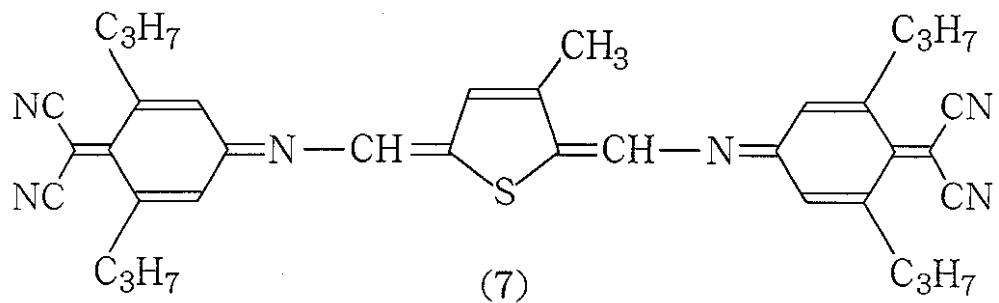
20



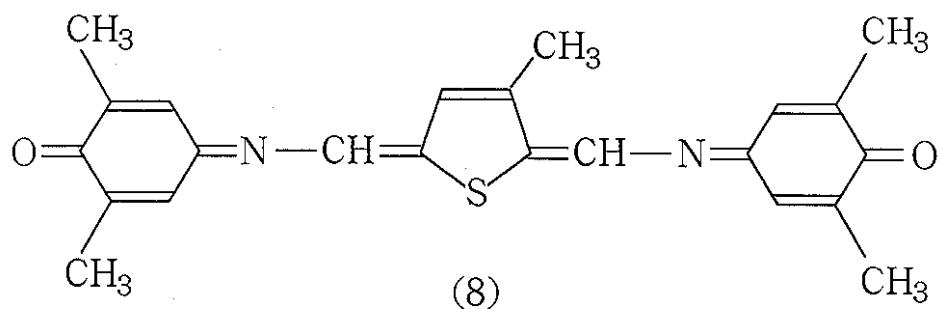
(6)

30

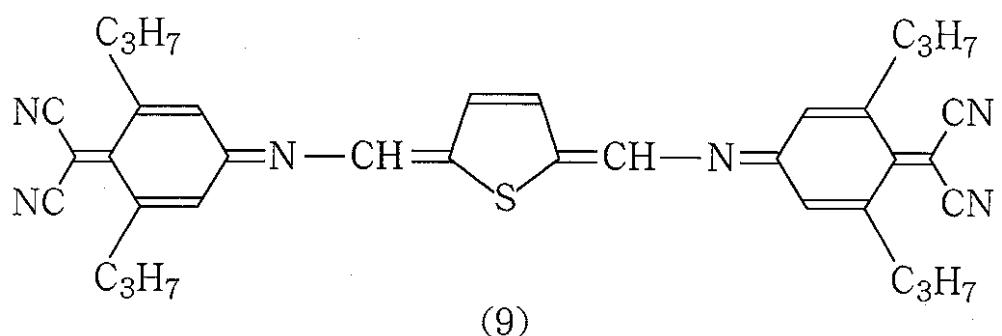
【 0 0 3 2 】
【 化 9 の 3 】



10



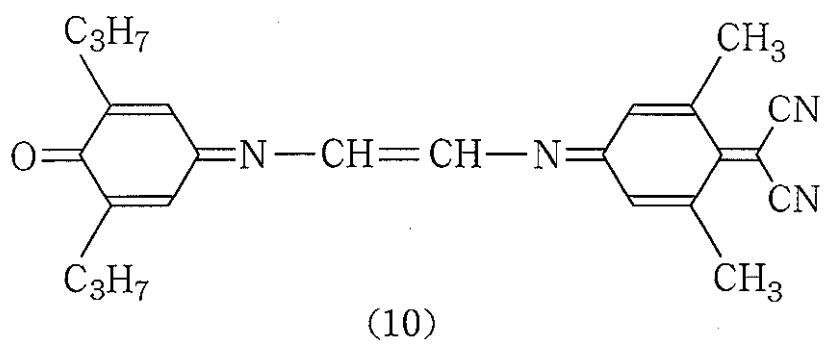
20



30

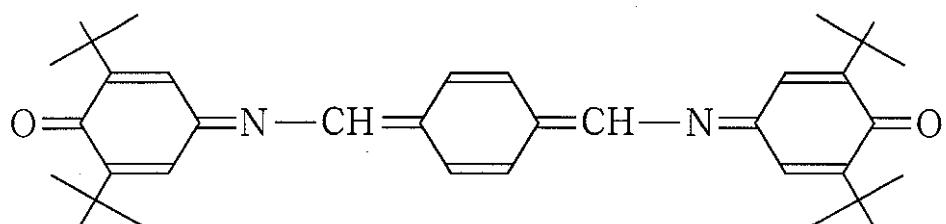
【0033】
【化9の4】

40



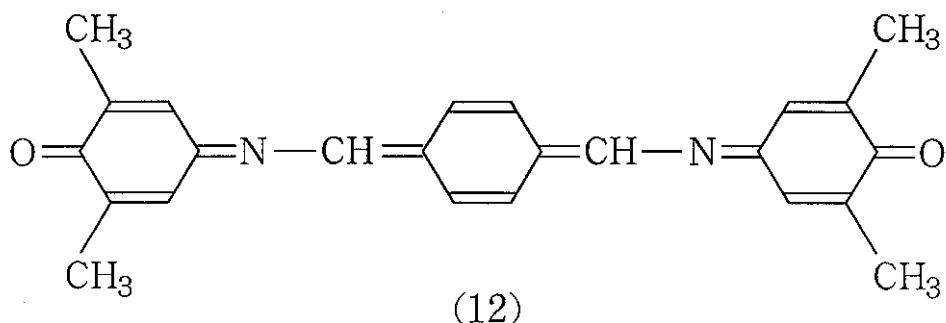
(10)

10



(11)

20

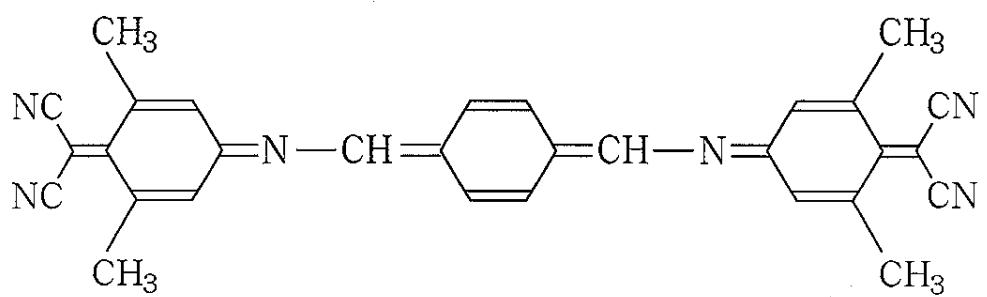


(12)

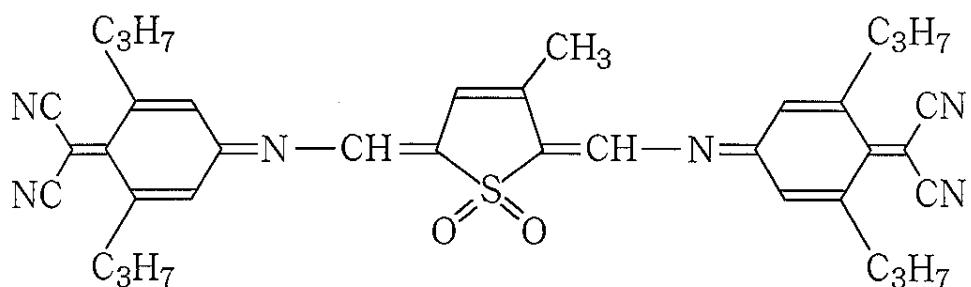
30

【 0 0 3 4 】
【 化 9 の 5 】

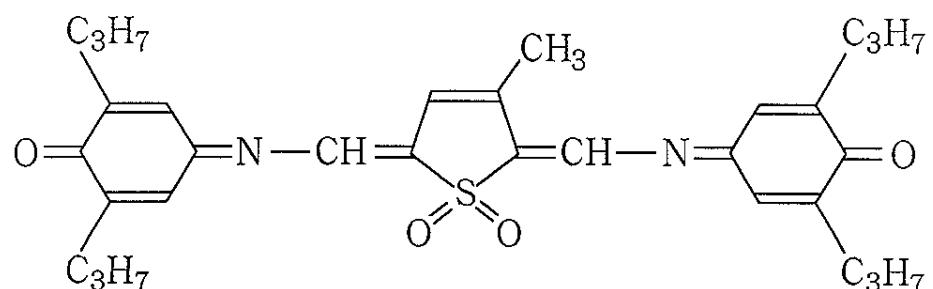
40



(13)



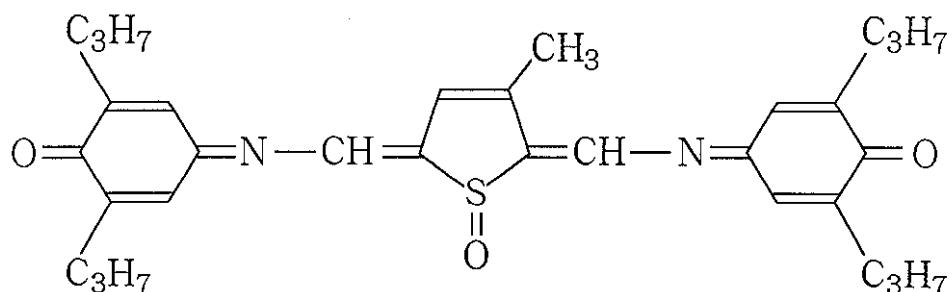
(14)



(15)

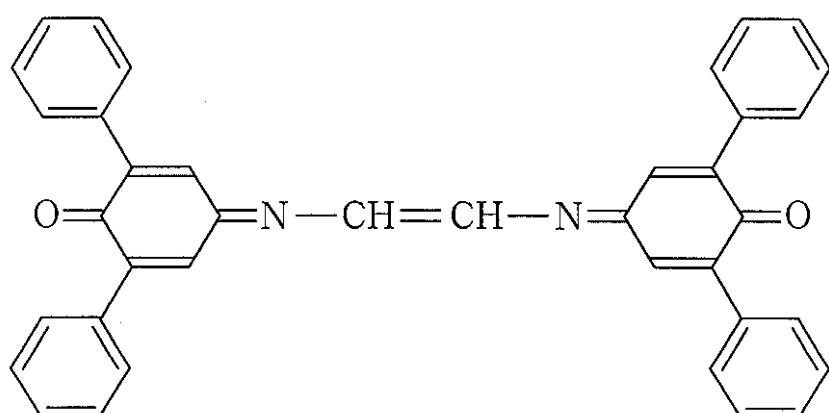
40

【 0 0 3 5 】
【 化 9 の 6 】



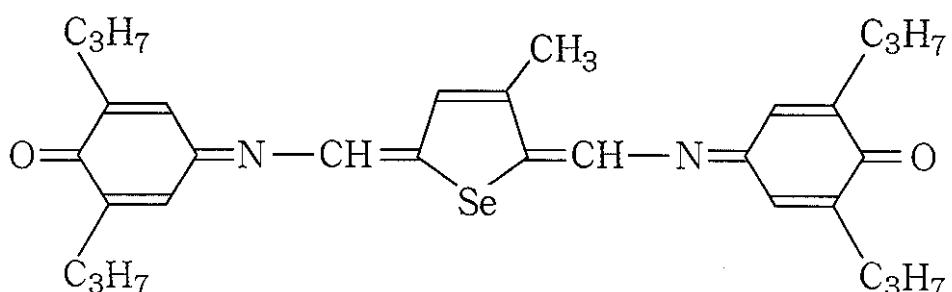
(16)

10



(17)

20

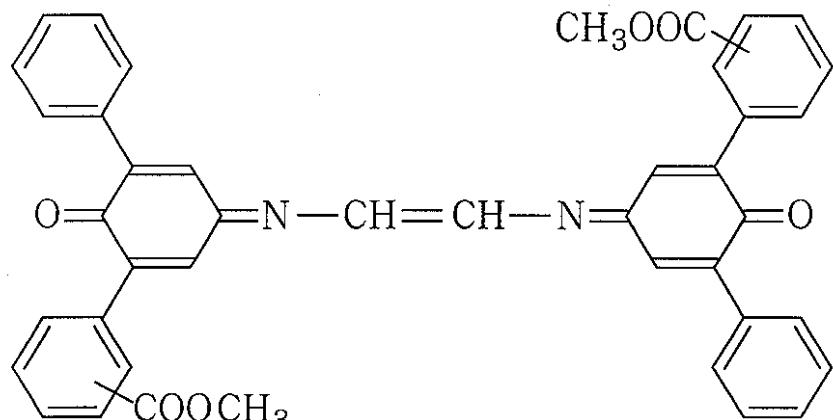


(18)

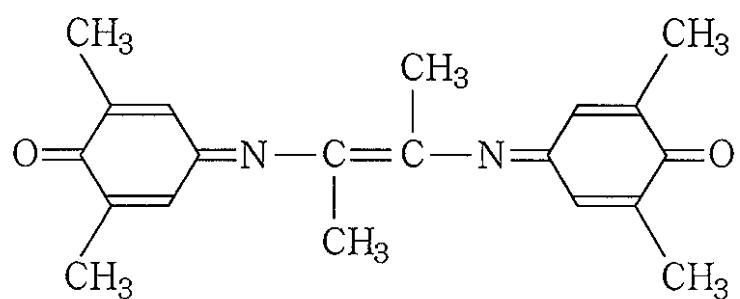
30

40

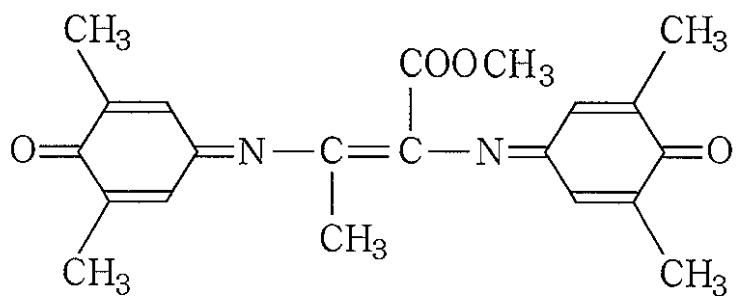
【 0 0 3 6 】
【 化 9 の 7 】



(19)



(20)

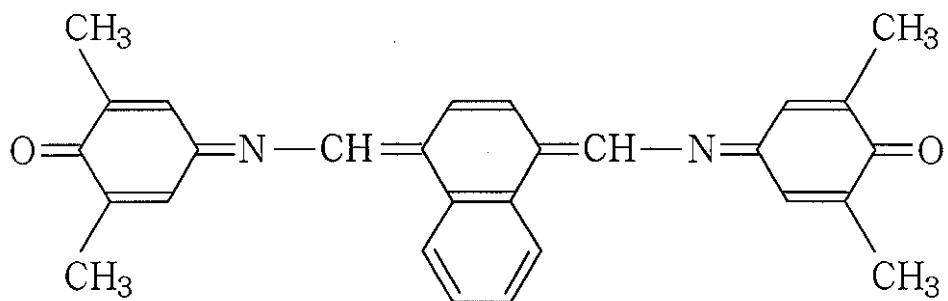


(21)

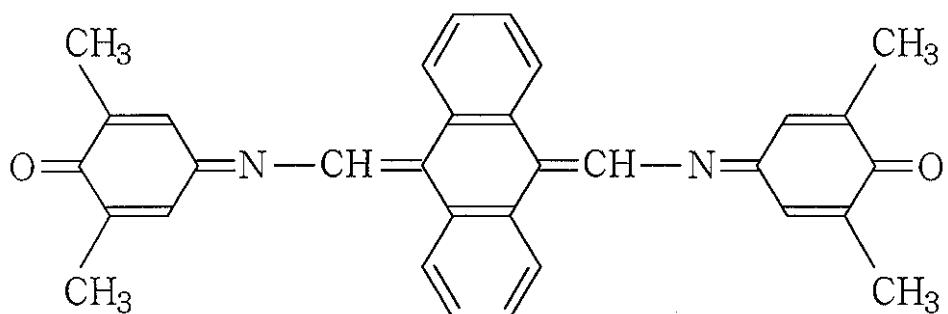
40

【 0 0 3 7 】

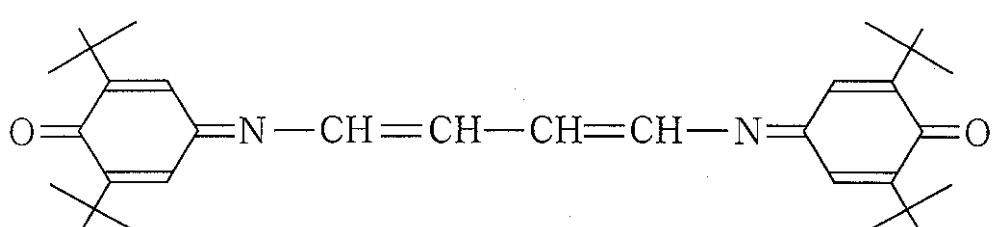
【 化 9 の 8 】



(22)



(23)



(24)

40

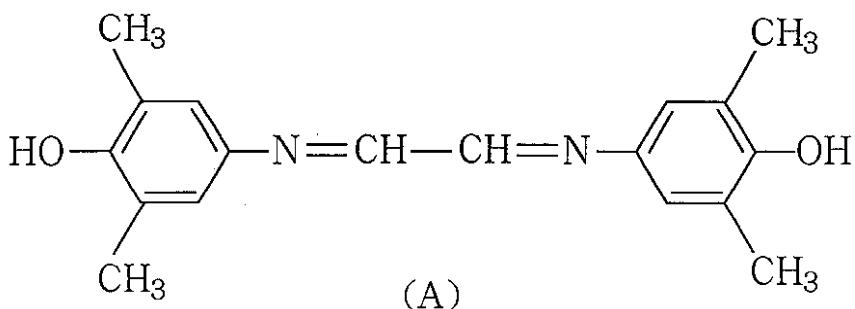
【0038】

【実施例】

実施例 1

化合物（A）の作製：

【化10】



10

【0039】

クロロホルム（0.57 g）に溶かした2,6-ジメチル-4-アミノフェノール（5.15 g, 37.54 mmol）をドライ窒素下で1/2時間脱ガスした。次いで、グリオキサール（水に溶かした40wt%溶液2.7 g, 18.6 mmol）を加えた。その反応混合物を50まで加熱し、加熱操作を中断した。その混合物を周囲温度で22時間攪拌し、3時間で60に再加熱した。この溶液を、希塩酸（20 ml）、続いて水（2×100 ml）で洗浄した。有機層を無水硫酸マグネシウム上で乾燥し、その後、濾過した。1つの濾液からの溶媒を蒸発させて上記の所望のフェノール系化合物（A）を得た（5.27 g、グリオキサール上のベースで収率95.7%）。

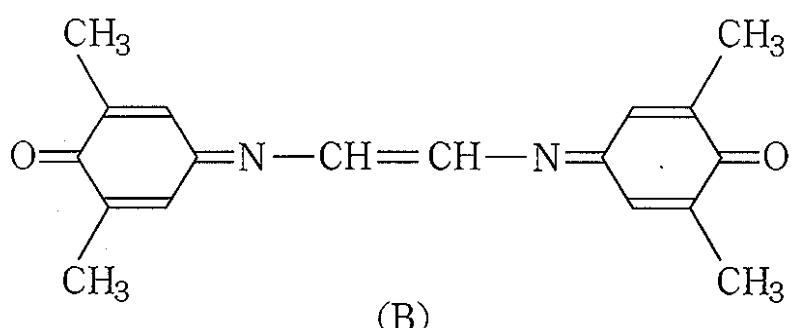
20

【0040】

実施例2

化合物（B）の作製：

【化11】



30

【0041】

40

実施例1で得たフェノール系化合物（A）（4.67 g, 15.78 mmol）を、クロロホルム（71 g）に溶解した過マンガン酸カリウム（13.0 g, 82.3 mmol）と混合した。この反応混合物を18時間で60に加熱し、次いで濾過した。過マンガン酸カリウム混合物をジクロロメタン（4×50 ml）で抽出し、次いで濾過した。この結合濾液をシリカゲルカラムを通して溶出した。1つの溶出液からの溶媒を蒸発させて所望の化合物（B）を得た（2.3 g、収率49.6%）。この化合物の融点は、290であることが分かった。

【0042】

実施例3

金属を含まない20 g のx-形フタロシアニン顔料、10 g のポリビニルブチラール B 50

- 76 (Monsanto Chemical Co.)、500 g のジクロロメタン(DCM)及びステンレス鋼ビーズ(直径3 mm)を、ボールミルを使って、72時間、一緒にしてすり潰した。溶液を希釈して、その粘性を1%固形分以下に調節した。ドクターブレードを使って、その懸濁液を、アルミニウム被覆マイラー上に塗り、オープン中で数秒間80°で乾燥後、電荷発生層(CGL)を形成する1 μm厚のコーティングを得た。

【0043】

次に、化合物(1)～(24)の中の何れかを40 gと、60 gのポリカーボネートPanlite L(Teijin Chemical)と、900 gのDCMと一緒にして、完全に溶解するまで攪拌した。これが電荷輸送層(CTL)を形成する電子輸送溶液であった。ドクターブレードを使って、その溶液を、上述のCGLの最上面に塗り、オープン中で80°で2時間乾燥後、20 μm厚のコーティングを得、完全構造の在来型二重層光セプターを形成した。

【0044】

Gentek Co.で開発した、Cynthia 1000として知られているドラムテストシステムで光伝導体を試験した。この試験では、充分接地した光セプターの試料をコロナ充電器を使って+6 kVで充電し、10秒間暗所に置き、その後、ハロゲンランプと、干渉フィルタと、10 msの電気式シャッターとを組合せて装備した780 nmの光源に露出させた。これらの化合物に関して得られた代表的な結果を表1(XEROGRAPHIC PERFORMANCE DATA)に要約する。

【0045】

【表1】

| 化合物 | V_0 (V) | 暗減衰率 (%) | $E_{1/2}$ (V_0 の50% 放電に要する エネルギー) (e r g /cm ²) | シャッター 閉後の残留 電圧 V_r (V) | 消去後の 残留電圧 $V_{e r}$ (V) |
|------|--------------|-------------|-------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|----------------------------------|
| (1) | 700 | 96 | 10.0 | 100 | 2 |
| (2) | 650 | 94 | 5.5 | 40 | 0 |
| (3) | 720 | 96 | 12.0 | 105 | 2 |
| (4) | 632 | 92 | 8.0 | 75 | 2 |
| (5) | 635 | 95 | 7.5 | 120 | 15 |
| (10) | 650 | 93 | 6.6 | 80 | 5 |
| (14) | 645 | 92 | 4.5 | 45 | 0 |
| (17) | 642 | 94 | 6.8 | 80 | 10 |
| (19) | 650 | 95 | 5.5 | 60 | 6 |
| (22) | 674 | 96 | 4.6 | 43 | 2 |
| (23) | 660 | 97 | 11.0 | 100 | 17 |

10

20

30

40

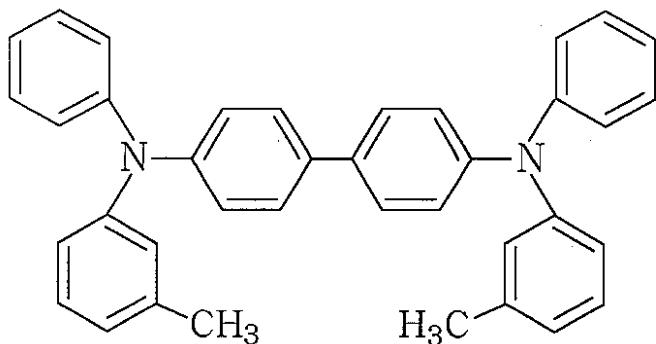
【0046】

比較例3a

40gの化12に示すホール輸送分子、60gのポリカーボネット Panlite L (Teijin Chemical, Japan)、及び900gのジクロロメタンを、一緒にして完全に溶解するまで攪拌した。ドクターブレードを使って、その溶液を、A1-被覆マイラー上に直に塗り、80°のオーブン中で2時間乾燥して20μm厚のホール輸送層 (CTL)を得た。次に、3gの-型チタニルフタロシアニン (-TiOPc)、97gのポリカーボネット、及び900gのDCMを一緒にして、摩碎媒体としてステンレス鋼のビーズ (直径4mm、特殊焼成級) を用いるボールミーリング処理法を使ってすり潰した。その粘性懸濁液を希釈して、5wt% 固形分含量の溶液にした。この溶液を、ドクターブレードを使って上述のホール輸送分子の最上面に塗り、その後80°で2時間乾燥して3μm厚とした。このコーティング層が電荷発生層 (CGL) である。この光伝導体は、実施例1で説明した在来型の複合二重層光伝導体と対比して、逆二重層 (IDL) 光伝導体と呼ばれるものである。

【0047】

【化12】



10

【0048】

実施例3に記述した方法で光伝導体を試験した。得られた代表的な結果を以下に要約する：

$$V_0 = 780 \text{ V}$$

暗減衰率 (DDR) = 98 %

$$E_{1/2} (V_0 の 50\% を放電するのに要するエネルギー) = 123 \text{ erg/cm}^2$$

シャッター閉後の残留電圧 $V_r = 30 \text{ V}$

20

消去後の残留電圧 $V_{re} = 200 \text{ V}$

【0049】

実施例4

CGLを以下のように調合した以外は、比較例3aと同様のIDLの調合を繰り返した：

3 g の 型チタニルフタロシアニン (-TiOPc)

37 g の電子輸送化合物 (1)

60 g のポリカーボネート Panlite L

900 g のDCM

【0050】

実施例3の方法で得られた代表的な結果を以下に要約する：

30

$$V_0 = 750 \text{ V}$$

暗減衰率 (DDR) = 96 %

$$E_{1/2} (V_0 の 50\% を放電するのに要するエネルギー) = 7 \text{ erg/cm}^2$$

シャッター閉後の残留電圧 $V_r = 60 \text{ V}$

消去後の残留電圧 $V_{re} = 0 \text{ V}$.

【0051】

それ故、明らかなことは、逆二重層のCGLに電子輸送分子を付加すれば、CGLにおける電子輸送効果の増大により光放出の著しい改善が実現できるということである。

【0052】

【産業上の応用性】

40

本発明で開示したジイミノキノンの誘導体は、電子写真印刷において、特にカラー電子写真印刷において、その用途を見い出すものと期待する。

【0053】

以上のように、電子写真印刷用のジイミノキノンの誘導体から成る改良型電子輸送剤を開示した。明らかな特性についての様々な変更及び修正は、本発明の範囲から逸脱することなく実行し得ることは、熟練した当業者には容易に理解されよう。

【0065】

【発明の効果】

以上詳述した本発明によれば、従来の輸送剤に起因する諸問題の殆どを解決することができ、好ましい電子写真印刷技術を提供することができる。

50

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の電子輸送剤を用いた光伝導性発生及び輸送層構成の1具体例の断面図である。

【図2】本発明の電子輸送剤を用いた光伝導性発生及び輸送層構成の図1とは別の具体例の断面図である。

【図3】本発明の電子輸送剤を用いた光伝導性発生及び輸送層構成の図1，2とは別の具体例の断面図である。

【図4】本発明の電子輸送剤を用いた光伝導性発生及び輸送層構成の図1～3とは別の具体例の断面図である。

【図5】本発明の電子輸送剤を用いた光伝導性発生及び輸送層構成の図1～4とは別の具体例の断面図である。 10

【符号の説明】

10 光伝導性の発生及び輸送層の構成

12 伝導性支持体

14 電導性層

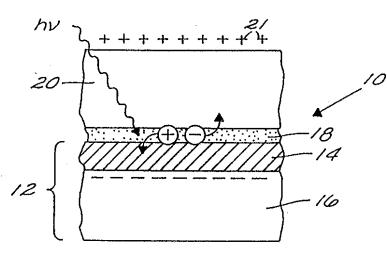
16 基板

18 電荷発生層

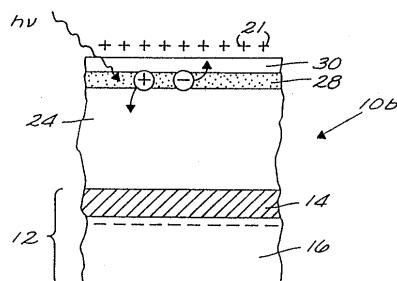
20 電子輸送層

21 静電表面電荷

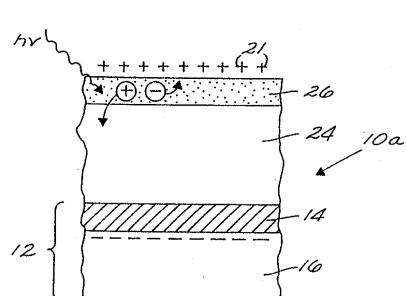
【図1】



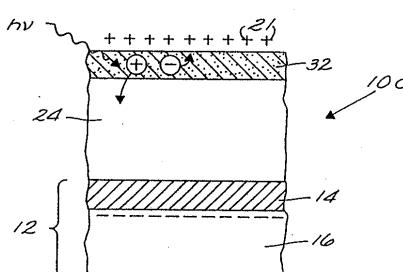
【図3】



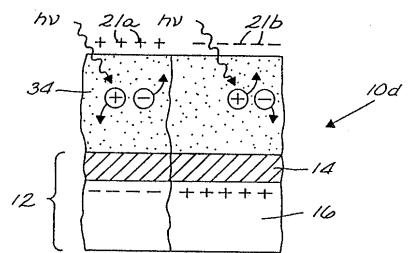
【図2】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(72)発明者 シバパッキア・ガナパチアパン
アメリカ合衆国カリフォルニア州フレモント アミレンス・アベニュー 4723

審査官 江口 州志

(56)参考文献 特公昭57-21270(JP,B2)
特開平2-223955(JP,A)
特開平4-102859(JP,A)
米国特許第5213923(US,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G03G 5/06
G03G 5/05
CAplus(STN)
REGISTRY(STN)