

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5527720号
(P5527720)

(45) 発行日 平成26年6月25日 (2014. 6. 25)

(24) 登録日 平成26年4月25日 (2014. 4. 25)

(51) Int. Cl. F I
G03G 5/147 (2006.01)
 G03G 5/147 502
 G03G 5/147 504

請求項の数 4 (全 24 頁)

(21) 出願番号	特願2008-26096 (P2008-26096)	(73) 特許権者	596170170
(22) 出願日	平成20年2月6日 (2008. 2. 6)		ゼロックス コーポレーション
(65) 公開番号	特開2008-197651 (P2008-197651A)		XEROX CORPORATION
(43) 公開日	平成20年8月28日 (2008. 8. 28)		アメリカ合衆国、コネチカット州 068
審査請求日	平成23年2月4日 (2011. 2. 4)		56、ノーウォーク、ビーオーボックス
(31) 優先権主張番号	11/705, 932		4505、グローバー・アヴェニュー 4
(32) 優先日	平成19年2月13日 (2007. 2. 13)		5
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100082005
			弁理士 熊倉 禎男
		(74) 代理人	100067013
			弁理士 大塚 文昭
		(74) 代理人	100086771
			弁理士 西島 孝喜
		(74) 代理人	100109070
			弁理士 須田 洋之

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリヒドロキシシロキサン光導電体

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

画像形成部材であって、随意の支持基材と、電荷生成層と、少なくとも1つの電荷輸送成分を含む少なくとも1つの電荷輸送層と、前記電荷輸送層に連続的に接触する保護膜層とを含み、前記保護膜は、アクリル酸ポリオール、ポリアルキレングリコール、架橋剤、ヒドロキシ官能基化シロキサン及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。

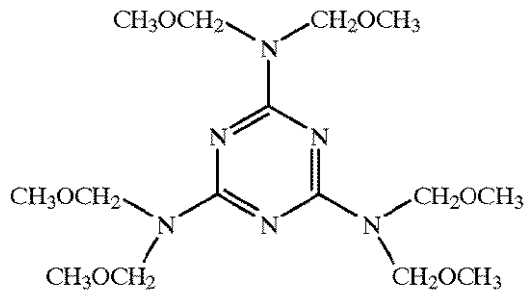
【請求項 2】

前記アクリル酸ポリオールは、約10から約20,000までのヒドロキシル基数を有し、前記アクリル酸ポリオール、ヒドロキシ官能基化シロキサン・ブロックコポリマーの前記ヒドロキシ官能基化シロキサン、前記ポリアルキレングリコール、及び前記電荷輸送成分は、酸触媒の存在下で反応して、架橋高分子ネットワークを形成することを特徴とする、請求項1に記載の画像形成部材。

【請求項 3】

前記架橋剤は、

【化 1】



10

であることを特徴とする、請求項 1 に記載の画像形成部材。

【請求項 4】

光導電体であって、順番に、支持基材と、少なくとも 1 つの電荷生成顔料を含む電荷生成層と、その上の少なくとも 1 つの電荷輸送成分を含む少なくとも 1 つの電荷輸送層と、前記上部の電荷輸送層に連続的に接触する層とを含み、前記層は、アクリル酸ポリオール、アルキレングリコール、架橋剤、ポリヒドロキシシロキサンブロックコポリマー、及び電荷輸送化合物の、触媒存在下における反応によって形成され、主として、前記アクリル酸ポリオール、前記グリコール、前記架橋剤、前記ポリヒドロキシシロキサン及び前記電荷輸送化合物を含んだ高分子ネットワークをもたらすことを特徴とする、光導電体。

20

【発明の詳細な説明】

【背景技術】

【0001】

本開示は一般に積層型画像形成部材、光受容体、光導電体、及び類似物に向けられる。より具体的には、本開示は、多層型可撓性のベルト状画像形成部材、又は、基材のような随意的支持媒体と、電荷生成 (photogenerating) 層と、第 1 電荷輸送層及び第 2 電荷輸送層のような複数の電荷輸送層を含む電荷輸送層と、随意的接着層と、随意的ホール・ブロック又は下塗り層と、ヒドロキシ官能基化シロキサン修飾ポリマーを含む上部の保護層 (TOC) と、を含むデバイスに向けられる。実施形態において、保護膜は、例えば、架橋樹脂、電荷輸送成分、及び触媒を含み、ここで、架橋樹脂は、架橋部位としてヒドロキシ／カルボキシ基を有するポリオール／ポリエステルと、BYK Chemi から入手可能な SILCEAN (登録商標) 3700R のようなヒドロキシ官能基化シロキサン修飾ポリマーとを含むが、ここで、SILCEAN (登録商標) は、ヒドロキシ官能基化シロキサンが、約 0.1 重量パーセントから約 10 重量パーセントまで、約 0.1 重量パーセントから約 2 重量パーセントまでのように種々の量で存在するヒドロキシ官能基化シロキサン修飾ポリアクリル酸であると考えられ、また前記の光導電体は、ヒドロキシ官能基化シロキサン修飾ポリアクリル酸が存在しない場合の 88 度に比べて、例えば、約 103 度の望ましい接触角を有する。本開示の光導電体には多くの利点があり、例えば、亀裂抵抗、硬度、及び引掻き抵抗を含む靱性、並びに、定量的なトナー移動及び簡単な光導電体洗浄を可能にする特性である低表面エネルギー特性、TOC の下の層に始まる亀裂の上層へ伝搬を実質的に防止してプリント欠陥を最小にする機能、などの利点があるが、ここで、実施形態において架橋部位はシロキサン含有層の強化を可能にすることになる。

30

40

【0002】

ここで実施形態において示される光受容体は、優れた耐摩耗性、長い耐用時間、表面層又は部材層の上の画像形成部材の引掻き疵を除去又は最小化する機能、を有するが、この引掻き疵は、例えば生成される最終プリント上に引掻き疵が目立つ望ましくないプリント欠陥を生ずる可能性を有するものである。さらに実施形態において、ここに開示される画像形成部材は、優れた、そして多くの場合に低い V_r (残留電位) を有し、また適切な場合には V_r のサイクル・アップの実質的な防止、高感度、低い許容画像ゴースト発生特性、低いバックグラウンド及び／又は最小電荷欠乏スポット (CDS)、及び望ましいトナ

50

一洗浄可能性を可能にする。実施形態中の少なくとも1つは、例えば、1に、1から約10までに、2から約7までに、2から約4までに、2に、などのように言及する。

さらに開示されるのは、ここで示される光応答性又は光導電性デバイスを用いた画像形成及びプリントの方法である。これらの方法は、一般に静電潜像を画像形成部材の上に形成し、続いて、例えば、熱可塑性プラスチック、顔料などの着色剤、電荷添加剤及び表面添加剤（米国特許第4,560,635号、第4,298,697号及び第4,338,890号参照）を含むトナー組成物により画像を現像し、次に画像を適切な基材へ転写し、そして画像をそれに恒久的に付着させるステップを含む。装置がプリント・モードで用いられる環境においては、この画像形成法は、露光がレーザ装置又はイメージ・バーにより達成できること以外は、同じ操作を含む。

【発明の開示】

【課題を解決するための手段】

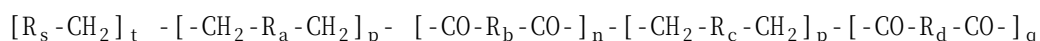
【0003】

開示されるのは、本明細書に示される多くの利点を有する画像形成部材であり、その利点には、例えば、約3,000,000画像形成サイクルを越える長い使用寿命、優れた電子特性、安定な電気的特性、低い画像ゴースト発生、低いバックグラウンド及び／又は最小の電荷欠乏スポット（CDS）、特定の溶媒の蒸気への露出による電荷輸送層の亀裂に対する耐性、優れた表面特性、改善された耐摩耗性、多種類のトナー組成物との適合性、画像形成部材の引掻き疵防止又は最小化の特性、既知のPIDC（Photo-Induced Discharge Curve）の生成により示されるような実質的に平坦な又は多数の画像形成サイクルにわたって変動がない一貫した V_r （残留電位）、残留電位における最少のサイクル・アップ、光導電体の光源に対する露光の約2.6ミリ秒後の最少のバックグラウンド電圧などの許容できるバックグラウンド電圧、低残留電位を伴う迅速なPIDC、などがある。

【発明を実施するための最良の形態】

【0004】

本開示の態様は、随意の支持基材、電荷生成層、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、及び保護層を含む画像形成部材と、支持基材、電荷生成成分を含む電荷生成層、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、及び電荷輸送層に連続的に接触する架橋保護膜を含む光導電体と、に関するものであり、その保護膜は、電荷輸送化合物、ポリマー、ヒドロキシ官能基化シロキサン修飾ポリマー、例えばそのブロックコポリマーを含み、そのコポリマーは、保護膜層成分及び架橋成分と反応する前にアルコールのような適切な溶媒に可溶である。光導電体は、一続きの、支持基材と、少なくとも1つの電荷生成顔料を含む電荷生成層と、その上の少なくとも1つの電荷輸送成分を含む電荷輸送層と、上部の電荷輸送層に連続的に接触する層とを含み、その層は、アクリル酸ポリオール、アルキレングリコール、架橋剤、ヒドロキシ官能基化シロキサン修飾ポリマー、及び電荷輸送化合物の触媒存在下での反応によって形成され、主としてアクリル酸ポリオール、グリコール、架橋剤、ヒドロキシ官能基化シロキサン修飾ポリマー、及び電荷輸送化合物を含んだ高分子ネットワークを生じる。光導電体中のアクリル酸ポリオールは、



により表されるが、式中、 R_s は $CH_2C(R_1)CO_2-$ を表し、 t は0から約1までであって利用可能なサイトにおけるアクリル基のモル分率を表し、 R_a 及び R_c は独立に、アルキル基、アルコキシ基、例えば直鎖アルキル基、直鎖アルコキシ基、分岐アルキル基、及び分岐アルコキシ基のうちの少なくとも1つを表し、ここで各々のアルキル及びアルコキシ基は、例えば、約1個から約20個までの炭素原子を含み、 R_b 及び R_d は独立に、アルキル基及びアルコキシ基のうちの少なくとも1つを表し、ここでアルキル及びアルコキシ基の各々は、例えば、約1個から約20個までの炭素原子を含み、 m 、 n 、 p 、及び q は、 $n+m+p+q=1$ の条件で、例えば0から約1までのモル分率を表し、そして高分子ネットワークは、主として、アクリル酸ポリオール、グリコール、架橋剤、及び電荷輸送化合

10

20

30

40

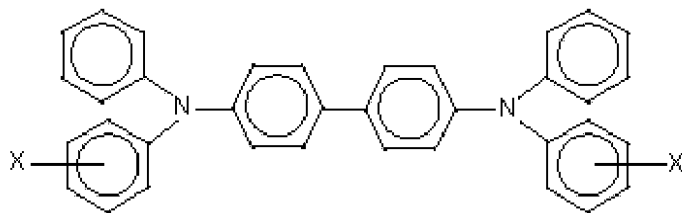
50

物を含む。光導電体は、上部の保護膜層又はPOCと接触する電荷輸送層を含み、その保護膜は、主としてアクリル酸ポリオールと、アルキレンが例えば1個から約10個までの炭素原子、より特定的には1個から約4個までの炭素原子を含むアルキレングリコールと、ホール輸送化合物のような電荷輸送化合物と、ポリヒドロキシシロキサンと、少量の触媒と、架橋剤とを含む。可撓性画像形成部材は、支持基材と、電荷生成層と、少なくとも2つの電荷輸送層とを含み、電荷輸送層に接触する上部保護膜架橋層は、ポリオールの混合物、例えばアクリル酸ポリオールとアルキレングリコールの混合物、ヒドロキシ官能基化シロキサン修飾ポリマー、電荷輸送化合物、架橋剤、を含み、この保護膜層は酸触媒の存在化で形成される。光導電部材は、基材と、その上の電荷生成層と、その上の少なくとも1つから約3つまでの電荷輸送層と、ホール・ブロック層と、接着層とを含み、実施形態においては、その接着層は電荷生成層とホール・ブロック層の間に配置され、本明細書で示されるように上部保護膜層が電荷輸送層の全表面に接触する。

【0005】

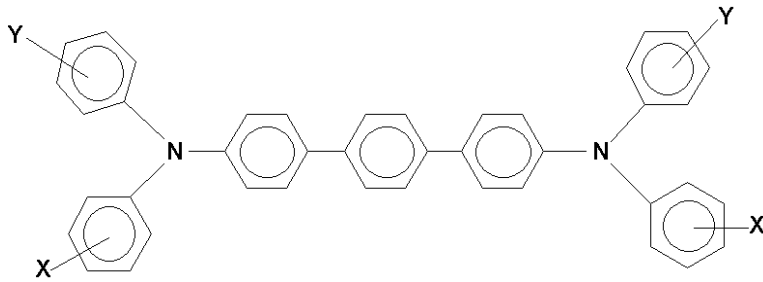
その実施形態において、支持基材、その上の電荷生成層、電荷輸送層、及び、ホール輸送層などの電荷輸送層に接触する保護膜ポリマー層を含む光導電性画像形成部材が開示される。ここで光導電性部材は、約1ミクロンから約10ミクロンまでの厚さを有する電荷生成層、及び各々の厚さが約5ミクロンから約100ミクロンまでの厚さを有する少なくとも1つの輸送層を含む。さらに、帯電コンポーネント、現像コンポーネント、転写コンポーネント、及び定着コンポーネントを有するゼログラフ画像形成装置であって、支持基材、その上の電荷生成顔料を含む層、1つ又は複数の電荷輸送層、及びその上の保護膜層を含み、その輸送層は約40ミクロンから約75ミクロンまでの厚さを有する、光導電性画像形成部材を有する装置が開示される。ここで、部材内の電荷生成層は、約10重量パーセントから約95重量パーセントまでの量存在する電荷生成顔料を含み、部材内の電荷生成層の厚さは約1ミクロンから約4ミクロンまでであり、部材内の電荷生成層は、不活性ポリマーのバインダを含み、部材内のバインダは、全ての層成分の合計を約100パーセントとして、約50重量パーセントから約90重量パーセントまでの量存在し、部材内の電荷生成成分は、約370ナノメートルから約950ナノメートルまで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。また、画像形成部材内の支持基材は、金属を含む導電性基材からなり、画像形成部材内の導電性基材は、アルミニウム、アルミメッキしたポリエチレンテレフタレート又はチタンメッキしたポリエチレンテレフタレートであり、画像形成部材内の電荷生成樹脂バインダは、ポリエステル、ポリビニルブチラール、ポリカーボネート、ポリスチレンーbーポリビニルピリジン、及びポリビニルホルマールのような既知の適切なポリマーから成る群から選択され、画像形成部材内の電荷生成顔料は金属を含まないフタロシアニンであり、画像形成部材内の電荷輸送層のそれぞれ、特に第1及び第2の層、または単一の電荷輸送層、及び保護膜層内の電荷輸送化合物は、

【化1】



を含み、式中Xはアルキル、アルコキシ、ハロゲンからなる群から選択され、例えば、メチル及び塩化物であり、画像形成部材内のアルキル及びアルコキシは、約1個から約15個の炭素原子を含み、画像形成部材内のアルキルは約1個から約5個までの炭素原子を含み、画像形成部材内のアルキルはメチルであり、画像形成部材内の電荷輸送層の各々又は少なくとも1つ、特に第1及び第2の電荷輸送層、又は単一の電荷輸送層、及び保護膜層の電荷輸送化合物は、

【化 2】



を含み、式中XとYは独立に、アルキル、アルコキシ、アリール、ハロゲン、又はそれらの混合物であり、画像形成部材内の例えばアルキル及びアルコキシはそれぞれ約1個から約15個までの炭素原子を含み、より特定的にはアルキルは約1個から約6個までの炭素原子を含む。樹脂性バインダはポリカーボネート及びポリスチレンからなる群から選択される。画像形成部材内の電荷生成層内に存在する電荷生成顔料は、クロロガリウムフタロシアニン、又は、以下のように調整されるタイプVのヒドロキシガリウムフタロシアニンを含む。ヒドロキシガリウムフタロシアニンを強酸に溶解させ、次いで生成する溶解ガリウムフタロシアニン前駆体を塩基水溶液中で析出させて、加水分解し、生成したイオン種を水洗により除去し、水及びヒドロキシガリウムフタロシアニンを含む生じた水性スラリーを濃縮して湿ったケーキにし、湿ったケーキを乾燥させて水分を除去し、生成した乾燥顔料に第2の溶媒を加えて混合させヒドロキシガリウムフタロシアニンを形成させる。画像形成部材内のタイプVヒドロキシガリウムフタロシアニンの、X線回折計で測定される主要なピークは、ブラッグ角（ $2\theta \pm 0.2^\circ$ ）7.4、9.8、12.4、16.2、17.6、18.4、21.9、23.9、25.0、28.1度にあり、最高のピークは7.4度である。画像形成の方法において、画像形成部材は、約400ナノメートルから約950ナノメートルまでの波長の光に曝される。部材内の電荷生成層は基材と電荷輸送層の間に配置され、部材内の電荷輸送層は、基材と電荷生成層の間に配置され、電荷輸送層の数は2であり、部材内の電荷生成層は、約5ミクロンから約25ミクロンまでの厚さを有し、部材内の電荷生成成分の量は、約0.05重量パーセントから約20重量パーセントまでであり、電荷生成顔料はポリマー・バインダの約10重量パーセントから約80重量パーセントまで分散し、部材内の電荷生成層の厚さは、約1ミクロンから約11ミクロンまでであり、部材内の電荷生成層及び電荷輸送層の成分は、ポリマー・バインダ内に含まれ、部材内のバインダは、層成分の合計を約100パーセントとして、約50重量パーセントから約90重量パーセントまでの量で存在する。電荷生成樹脂バインダは、ポリエステル、ポリビニルブチラール、ポリカーボネート、ポリスチレンーbーポリビニルピリジン、及びポリビニルホルマールから成る群から選択される。画像形成部材内の電荷生成成分は、タイプVヒドロキシガリウムフタロシアニン、又はクロロガリウムフタロシアニンであり、電荷輸送層及び／又は保護膜は、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-テルフェニル]-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-テルフェニル]-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-テルフェニル]-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-テルフェニル]-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-テルフェニル]-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-テルフェニル]-4，4''-ジアミンのホール輸送分子を含み、ホール輸送樹脂バインダは、ポリカーボネートとポリスチレンから成る群から選択される。画像形成部材内の電荷生成層は、金属を含まないフタロシアニンを含む。画像形成部

10

20

30

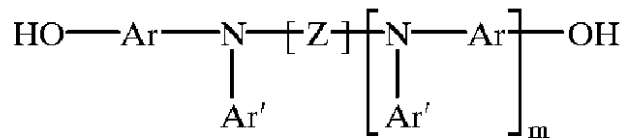
40

50

材内の電荷生成層は、アルコキシガリウムフタロシアニンを含む。光導電性部材が有するブロック層は、基材上のコーティングとして含まれ、接着層はブロック層の上にコーティングされる。カラー画像形成の方法は、画像形成部材の上に静電潜像を生成し、潜像を現像し、転写し、現像した静電潜像を適切な基材に定着させるステップを含む。光導電性画像形成部材は、支持基材と、電荷生成層と、ホール輸送層と、ホール輸送層に接触する又は実施形態において電荷生成層と接触する上部保護膜層とを含み、実施形態においては、複数の電荷輸送層、例えば、2から約10までの、より特定的には2つの電荷輸送層を選択することができる。光導電性画像形成部材は、随意の支持基材と、電荷生成層と、第1、第2、及び第3電荷輸送層とを含む。画像形成部材内の保護膜電荷輸送成分は、

【化3】

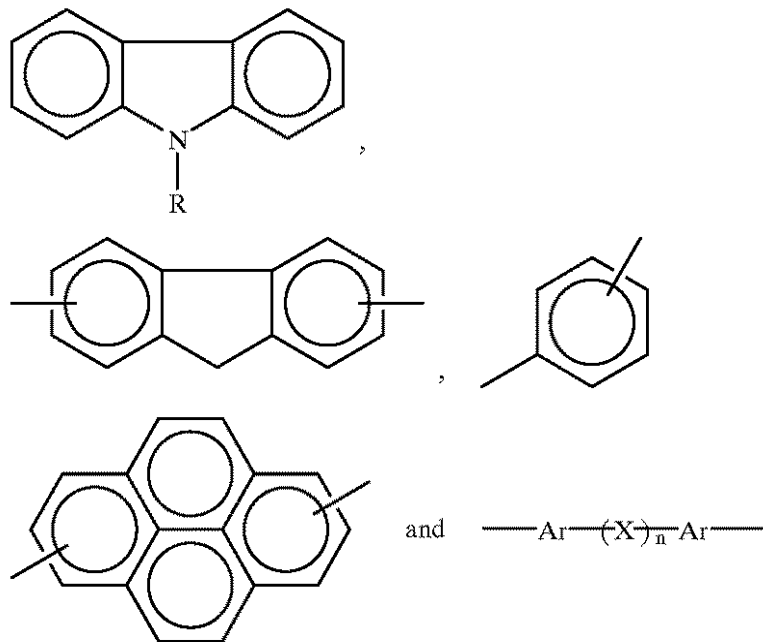
10



であり、式中、mは0又は1であり、Zは下図の基のうちの少なくとも1つからなる群から選択され、

【化4】

20

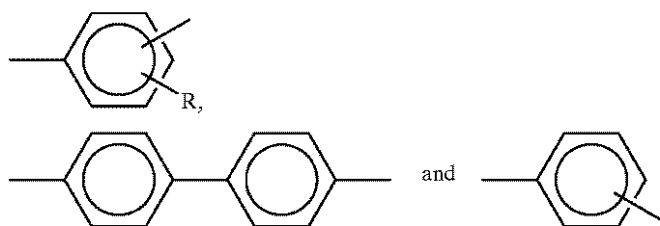


30

式中、nは0又は1であり、Arは下図の基のうちの少なくとも1つからなる群から選択され、

【化5】

40

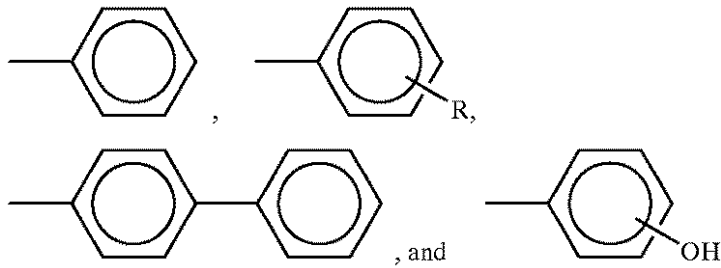


式中、Rは、 $-\text{CH}_3$ 、 $-\text{C}_2\text{H}_5$ 、 $-\text{C}_3\text{H}_7$ 、及び $-\text{C}_4\text{H}_9$ のうちの少なくとも1つから

50

なる群から選択され、 Ar' は、下図の基のうちの少なくとも1つからなる群から選択され、

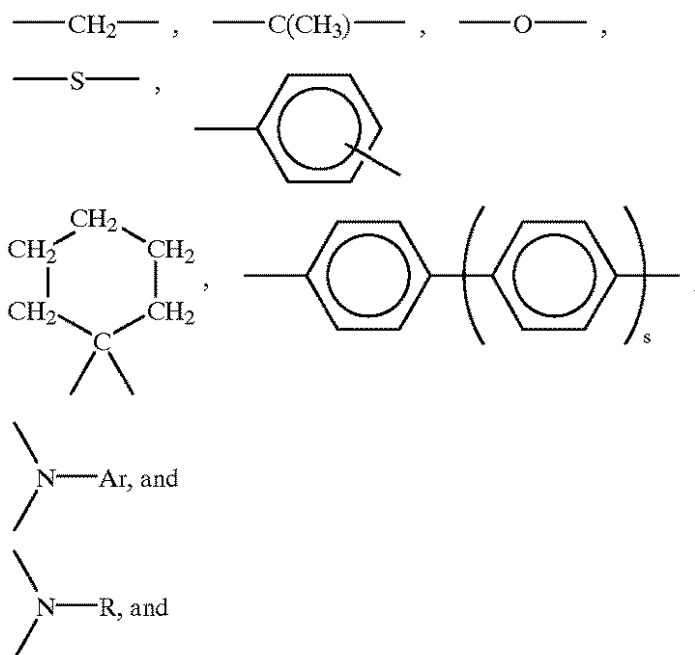
【化6】



10

X は、下図の基のうちの少なくとも1つからなる群から選択され、

【化7】

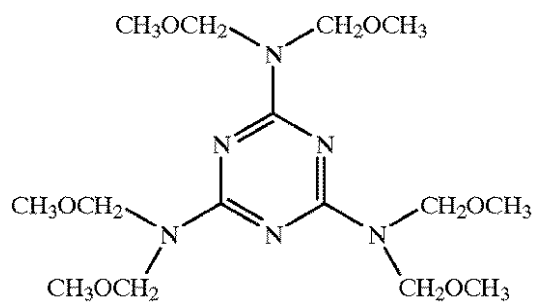


20

30

式中、 S は0、1、又は2である。画像形成部材内の架橋剤は、メチル化ブチル化メラミン・ホルムアルデヒドである。画像形成部材内の架橋剤は、化学式 $(CH_3OCH_2)_6N_3C_3N_3$ を有するメトキシメチル化メラミン化合物である。光導電体又は画像形成部材内の架橋剤は、

【化8】



40

である。光導電体は、支持基材と、電荷生成成分及び随意的シラノールを含む電荷生成層と、少なくとも1つの電荷輸送成分を含む少なくとも1つの電荷輸送層と、電荷輸送層に

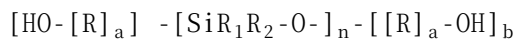
50

連続的に接触する架橋された保護膜とを含み、この保護膜は、電荷輸送化合物、ポリマー、ヒドロキシ官能基化シロキサンポリマー、及び架橋成分を含む。光導電体内のヒドロキシ官能基化シロキサンポリマーはそのブロックコポリマーであり、架橋反応の前に適切な溶媒に溶解させる。この光導電体は、一続きの、支持基材、少なくとも1つの電荷生成顔料を含む電荷生成層、その上の少なくとも一つの電荷輸送成分を含む電荷輸送層、及び、上部の電荷輸送層に連続的に接触する層に含まれ、この層は、触媒の存在下における、アクリル酸ポリオール、アルキレングリコール、架橋剤、ポリヒドロキシシロキサンのブロックコポリマー、及び電荷輸送化合物の反応により形成され、主として、アクリル酸ポリオール、グリコール、架橋剤、ポリヒドロキシシロキサン、及び電荷輸送化合物を含む高分子ネットワークを生成する。

10

【0006】

ヒドロキシ官能基化シロキサンの実施例には、次式で表すことのできるヒドロキシ官能基化シロキサン修飾ポリアクリル酸であって、

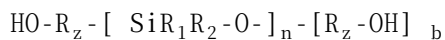


式中、Rは

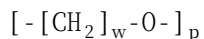


を表し、aはRの繰返し数を表し、例えば約1から約100までであり、R₁及びR₂は独立に適切な置換基、例えば約2個から約20個までの炭素有する直鎖アルキル基などであり、nは、例えば約5から約200までであり、bは0から約1までであるシロキサン修飾ポリアクリル酸と、次式で表すことのできるヒドロキシ官能基化シロキサンポリオールであって、

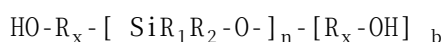
20



式中、R_zは

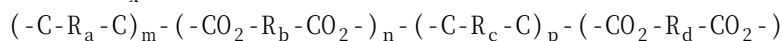


を表し、wは約2から約10までであり、pは約1から約150までであり、R₁及びR₂は独立に適切な置換基、例えば約2個から約20個までの炭素原子を有する直鎖アルキル基などであり、nは、例えば約5から約200までであり、bは0から約1までであるヒドロキシ官能基化シロキサンポリオールと、次式で表すことのできるヒドロキシ官能基化シロキサンポリオール／ポリエステルであって、



30

式中、R_xは



を表し、R_a及びR_cは独立に、ポリオールから誘導される、1個から約20個までの炭素原子を含む直鎖アルキル基又は分岐アルキル基を表し、R_b及びR_dは独立に、ポリカルボン酸から誘導される、1個から約20個までの炭素原子を含むアルキル基を表し、m、n、p、及びqは、n+m+p+q=1の条件で、0から1までのモル分率を表し、R₁及びR₂は独立に、例えば、約2個から約20個までの炭素原子を有する直鎖アルキル基を表し、nは、例えば約5から約200までであり、bは0から約1までであるシロキサンポリオール／ポリエステルと、が含まれる。

【0007】

40

光導電体基材層の厚さは、経済的考察、電気的特性などを含んだ多くの要因に依存し、この層の実質的な厚さは、例えば、3000ミクロン以上、約1000ミクロンから約2000ミクロンまで、約500ミクロンから約900ミクロンまで、約300ミクロンから約700ミクロンまで、又は最小の厚さとすることができる。実施形態においては、この層の厚さは、約75ミクロンから約300ミクロンまで、又は約100ミクロンから約150ミクロンまでである。

【0008】

基材は不透明又は実質的に透明とすることができ、任意の適切な材料を含むことができる。従って、基材は非導電性又は導電性材料、例えば無機又は有機組成物、の層を含むことができる。非導電性材料としては、薄いウェブとして可撓性を有する、ポリエステル、

50

ポリカーボネート、ポリアミド、ポリウレタンなどを含んだ種々の既知の樹脂を本発明の目的に用いることができる。導電性基材は、例えばアルミニウム、ニッケル、銅、銅などの任意の適切な金属、又は、炭素、金属粉末などの導電性物質を充填した前述のポリマー材料、又は有機導電性材料とすることができる。非導電性又は導電性基材は、エンドレス可撓性ベルト、ウェブ、剛性シリンダー、薄板などの形態にすることができる。基材層の厚さは、所望の強度及び経済的考察を含んだ多くの要因に依存する。ドラムに対しては、本明細書で引用される同時継続中の出願に開示されるように、この層の実質的な厚さは、例えば、何センチメートルにも達する厚さ、又はミリメートル未満の最小の厚さとすることができる。同様に可撓性ベルトの実質的な厚さは、最終の電子写真装置に悪影響を及ぼさないという条件で、例えば、約250マイクロメートル、又は約50マイクロメートル未満の最小の厚さとすることができる。

10

【0009】

基材層が非導電性である実施形態においては、その表面は導電性コーティングにより導電性にすることができる。導電性コーティングの厚さは、光透過性、所望の可撓性の程度、及び経済的要因に応じて、実質的に広い範囲にわたって変化させることができる。

【0010】

基材の例証的な実施例、より具体的には、本開示の画像形成部材に関して選択される層がここで説明されるが、その基材は不透明又は実質的に透明とすることができ、無機又は有機ポリマー材料、例えばチタンを含ませた市販のポリマーであるMYLAR（登録商標）、を含んだ絶縁性材料の層を含むことができ、ここで有機又は無機材料の層は、インジウムスズ酸化物又はその上に配置されるアルミニウムなどの半導体性表面層、又は、アルミニウム、クロム、ニッケル、真鍮などを含んだ導電性材料を有する。基材は、可撓性、シームレス、又は剛性とすることができ、板、円筒型ドラム、スクロール、エンドレス可撓性ベルトなどの種々様々な形態を取ることができる。実施形態においては、基材はシームレス可撓性ベルトの形態とする。幾つかの場合には、特に基材が可撓性有機ポリマー材料であるとき、カーリング防止層、例えばMAKROLON（登録商標）として市販のポリカーボネート材料などで、基材の裏面をコーティングすることが望ましい可能性がある。

20

【0011】

実施形態における電荷生成層は、例えば、約50重量パーセントのタイプVヒドロキシガリウムフタロシアニン又はクロロガリウムフタロシアニンなど多くの既知の電荷生成顔料、及び、約50重量パーセントのポリ（塩化ビニル-コ-酢酸ビニル）コポリマーのような樹脂バインダ、例えばVMCH（Dow Chemicalより入手可能）を含む。一般に、電荷生成層は、既知の電荷生成顔料、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など、より特定のには、パナジルフタロシアニン、タイプVヒドロキシガリウムフタロシアニン、及び、セレン、セレン合金、及び三方晶系セレンなどの無機成分、を含むことができる。電荷生成顔料は、電荷輸送層に対して選択された樹脂バインダに類似の樹脂バインダ内に分散させることができるが、或いは代替として、樹脂バインダが存在する必要はない。一般に、電荷生成層の厚さは、他の層の厚さ、及び電荷生成層に含まれる電荷生成材料の量を含む多くの要因に依存する。従って、この層の厚さは、例えば、電荷生成組成物が約30体積パーセントから約75体積パーセントまでの量存在するときは、例えば、約0.05ミクロンから約10ミクロンまで、より特定のには、約0.25ミクロンから約2ミクロンまでとすることができる。実施形態におけるこの層の最大の厚さは、主として、感光性、電気的特性及び機械的考察などの要因に依存する。電荷生成層のバインダ樹脂は、種々の適切な量、例えば約1重量パーセントから約50重量パーセントまで、より特定のには、約1重量パーセントから約10重量パーセントまでの量存在し、その樹脂は、多くの既知のポリマー、例えば、ポリ（ビニルブチラール）、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、ポリ塩化

30

40

50

ビニル、ポリアクリル酸及びメタアクリル酸、塩化ビニルと酢酸ビニルのコポリマー、フェノール樹脂、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、から選択することができる。コーティング溶媒は、デバイスの他の以前にコーティングした層を実質的に妨害しない又は悪影響を及ぼさないものを選択することが望ましい。電荷生成層に対するコーティング溶媒の例には、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、エステルなどがある。特定の溶媒の例には、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、塩化メチレン、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、酢酸ブチル、酢酸エチル、酢酸メトキシエチルなどがある。

10

【0012】

電荷生成層は、セレン、及び、セレンと砒素、テルル、ゲルマニウムなどとの合金、水素化アモルファス・シリコン、シリコンとゲルマニウムの化合物、炭素、酸素、窒素などの、真空蒸着または堆積によって作成したアモルファス膜を含むことができる。電荷生成層はまた、膜形成ポリマー・バインダ内に分散させた、結晶セレン及びその合金、I I - V I 族化合物などの無機顔料、及び有機顔料、例えば、キナクリドン、多環式顔料、例えば、ジプロモアンサンスロン顔料、ペリレン及びペリノンジアミン、多核芳香族キノン、ビスー、トリスー及びテトラキスーアゾを含んだアゾ顔料などを含むことができ、溶媒コーティング法によって作成される。

20

【0013】

実施形態において、電荷生成層のためのマトリックスとして選択することのできるポリマー・バインダ材料の例には、熱可塑性及び熱硬化性樹脂、例えば、ポリカーボネート、ポリエステル、ポリアミド、ポリウレタン、ポリスチレン、ポリアリールシラノール、ポリアリールスルホン、ポリブタジエン、ポリスルホン、ポリシラノールスルホン、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリイミド、ポリメチルペンテン、ポリ（フェニレンスルフィド）、ポリ酢酸ビニル、ポリシロキサン、ポリアクリル酸、ポリビニルアセタール、ポリアミド、ポリイミド、アミノ樹脂、フェニレンオキシド樹脂、テレフタル酸樹脂、フェノキシ樹脂、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリスチレンとアクリロニトリルのコポリマー、ポリ塩化ビニル、塩化ビニルと酢酸ビニルのコポリマー、アクリル酸コポリマー、アルキド樹脂、セルロース膜形成体、ポリ（アミドイミド）、スチレンーブタジエン・コポリマー、塩化ビリニデンー塩化ビニル・コポリマー、酢酸ビニルー塩化ビリニデン・コポリマー、スチレンーアルキド樹脂、ポリ（ビニルカルバゾール）などがある。これらのポリマーはブロック、ランダム、又は交互コポリマーとすることができる。

30

【0014】

電荷生成組成物又は顔料は、樹脂バインダ組成物中に種々の量で存在する。しかし、一般には、約5重量パーセントから約90重量パーセントまでの電荷生成顔料が、約10重量パーセントから約95重量パーセントまでの樹脂バインダ中に分散させられ、或いは、約20重量パーセントから約50重量パーセントまでの電荷生成顔料が、約80重量パーセントから約50重量パーセントまでの樹脂バインダ組成物中に分散させられる。1つの実施形態においては、約50重量パーセントの電荷生成顔料が約50重量パーセントの樹脂バインダ組成物中に分散させられる。

40

【0015】

本開示の実施形態における、電荷生成層のコーティングは、スプレー、ディップ又はワイヤー・バー法により完遂することができ、電荷生成層の最終的な乾燥状態での厚さは、ここに示されるように、例えば、約40℃から約150℃までの温度で約15分間から約90分間まで乾燥した後、約0.01ミクロンから約30ミクロンまでになるようにすることができる。より特定のには、例えば、約0.1ミクロンから約30ミクロンまで、又は約0.5ミクロンから約2ミクロンまでの厚さの電荷生成層を、基材上、基材と電荷輸送層の間の他の表面の上に、塗布又は堆積することができる。電荷生成層の塗布の前に、

50

電荷ブロック層又はホール・ブロック層を随意に導電性表面に塗布することができる。所望の場合には、電荷ブロック若しくはホール・ブロック層又は界面層と電荷生成層の間に接着層を含めることができる。普通、電荷生成層はブロック層の上に塗布され、電荷輸送層又は複数の電荷輸送層は電荷生成層の上に形成される。この構造体は電荷輸送層の上又は下に電荷生成層を有することができる。

【0016】

実施形態において、適切な既知の接着層を光導電体内に含めることができる。典型的な接着層材料には、例えば、ポリエステル、ポリウレタンなどが含まれる。接着層の厚さは変えることができ、実施形態においては、例えば、約0.05マイクロメートル（500オングストローム）から約0.3マイクロメートル（3,000オングストローム）までである。接着層は、ホール・ブロック層の上に、スプレー、ディップ・コーティング、ロール・コーティング、巻き線ロッド・コーティング、グラビア・コーティング、バード・アプリケーション・コーティング、などによって堆積させることができる。堆積させたコーティングの乾燥は、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実施することができる。

10

【0017】

普通、ホール・ブロック層と電荷生成層に接触する又はそれらの間に配置される随意の接着層として、コポリエステル、ポリアミド、ポリ（ビニルブチラル）、ポリ（ビニルアルコール）、ポリウレタン、及びポリアクリロニトリルを含む種々の既知の物質を選択することができる。この層は、例えば約0.001ミクロンから約1ミクロンまで、又は約0.1ミクロンから約0.5ミクロンまでの厚さを有する。随意にこの層は、例えば約1重量パーセントから約10重量パーセントまでの効果的な適切な量の導電性又は非導電性粒子、例えば、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、を含んで、例えば、本開示の実施形態においてさらに望ましい電氣的及び光学的特性をもたらすことができる。

20

【0018】

本開示の画像形成部材の随意のホール・ブロック又は下塗り層は、アミノシラン、ドーパ金属酸化物、TiSi、チタン、クロム、亜鉛、スズなどの金属酸化物のような既知のホール・ブロック成分と、フェノール化合物とフェノール樹脂の混合物、又は2つのフェノール樹脂の混合物と、随意にSO₂のようなドーパントと、を含む多くの成分を含有することができる。そのフェノール化合物は、普通、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'-スルフォニルジフェノール）、及び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有する。

30

【0019】

ホール・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、より特定のには、約55重量パーセントから約65重量パーセントまでのTiO₂などの金属酸化物のような適切な成分と、約20重量パーセントから約70重量パーセントまで、より特定のには、約25重量パーセントから約50重量パーセントまでのフェノール樹脂と、約2重量パーセントから約20重量パーセントまで、より特定のには、約5重量パーセントから約15重量パーセントまでの、ビスフェノールSのような少なくとも2つのフェノール基を含むことが好ましいフェノール化合物と、約2重量パーセントから約15重量パーセントまで、より特定のには、約4重量パーセントから約10重量パーセントまでの、SiO₂のような合板圧縮ドーパントと、を含むことができる。ホール・ブロック層コーティング用分散は次のように調製することができる。初めに金属酸化物／フェノール樹脂分散を、ボールミル又はダイノミル（dynomilling）により、分散中

40

50

の金属酸化物の中央粒子サイズが約10ナノメートル未満、例えば約5ナノメートルから約9ナノメートルまでになるまで粉碎することによって調製する。前記の分散にフェノール化合物及びドーパントを添加して混合する。ホール・ブロック層コーティング用分散は、ディップ・コーティング又はウェブ・コーティングによって塗布することができ、その層はコーティング後に熱硬化させることができる。生成したホール・ブロック層は、例えば、約0.01ミクロンから約30ミクロンまで、より特定のには、約0.1ミクロンから約8ミクロンまでの厚さを有する。フェノール樹脂の例には、V A R C U M（登録商標）29159及び29101（O x y C h e m社より入手可能）、及びD U R I T E（登録商標）97（B o r d e n C h e m i c a lより入手可能）のような、フェノール、p-tert-ブチルフェノール及びクレゾールを含有するホルムアルデヒドのポリマーと、V A R C U M（登録商標）29112（O x y C h e m社より入手可能）のような、アンモニア、クレゾール及びフェノールを含有するホルムアルデヒドのポリマーと、V A R C U M（登録商標）29108及び29116（O x y C h e m社より入手可能）のような、4,4'-（1-メチルエチリデン）ビスフェノールを含有するホルムアルデヒドのポリマーと、V A R C U M（登録商標）29457（O x y C h e m社より入手可能）、D U R I T E（登録商標）SD-423A、SD-422A（B o r d e n C h e m i c a lより入手可能）のような、クレゾール及びフェノールを含有するホルムアルデヒドのポリマーと、D U R I T E（登録商標）ESD 556C（B o r d e n C h e m i c a lより入手可能）のような、フェノール及びp-tert-ブチルフェノールを含有するホルムアルデヒドのポリマーと、が含まれる。

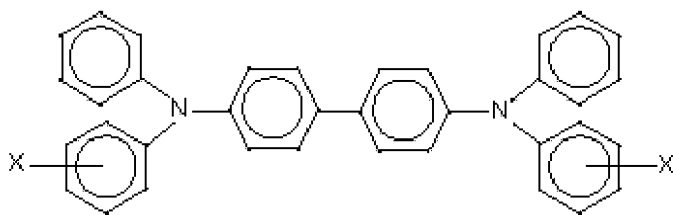
【0020】

随意のホール・ブロック層を基材に塗布することができる。隣接する導電層（又は電子写真画像形成層）と下にある基材の導電性表面との間の、ホールに対する電子的障壁を形成することができる、任意の適切な従来のブロック層を選択することができる。

【0021】

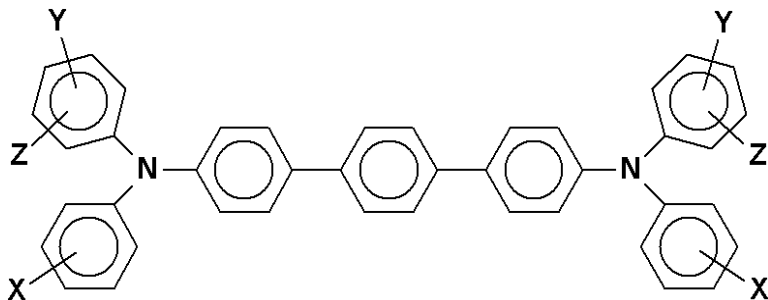
電荷輸送層は一般に、約5ミクロンから約75ミクロンまでの厚さ、より特定のには、約10ミクロンから約40ミクロンまでの厚さを有するが、その成分及び分子は、多くの既知の材料、例えば、次の化学式を有するアリールアミンであって、

【化9】



式中、Xはアルキル、アルコキシ、アリール、ハロゲン、又はそれらの混合物であり、又は各々のXは4つの末端の環の各々の上に存在し、特にそれらの置換基はC1及びCH₃から成る群から選択される、アリールアミンと、次の化学式を有する分子であって、

【化10】



式中、X、Y及びZの少なくとも1つは、独立にアルキル、アルコキシ、アリール、ハロゲン、又はそれらの混合物である、分子と、を含む。

【0022】

アルキル及びアルコキシは、例えば、1個から約25個までの炭素原子、より特定的には、1個から約12個までの炭素原子を含み、例えば、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、及び対応するアルコキシドである。アリールは6個から約36個までの炭素原子含むことができ、例えば、フェニルなどである。ハロゲンは、塩化物、臭化物、ヨウ化物及びフッ化物を含む。置換されたアルキル、アルコキシ、及びアリールもまた実施形態において選択することができる。

【0023】

特定のアリールアミンの例は図示した通りである。

【0024】

電荷輸送層の成分は、光導電体の上部保護膜層の電荷輸送化合物として選択することができる。

【0025】

電荷輸送層に対して選択されるバインダ材料の例には、ポリカーボネート、ポリアクリル酸、アクリル酸ポリマー、ビニルポリマー、セルロースポリマー、ポリエステル、ポリシロキサン、ポリアミド、ポリウレタン、ポリ(シクロオレフィン)、エポキシ、及びそれらのランダム又は交互コポリマー、より特定的には、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-A-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'-プロピリデン-3,3'-ジメチルジフェニル)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)などのポリカーボネートが含まれる。実施形態において、電氣的に不活性なバインダは、約20,000から約100,000までの分子量、好ましくは約50,000から約100,000までの分子量 M_w を有するポリカーボネート樹脂を含む。一般に、電荷輸送層は約10重量パーセントから約75重量パーセントまでの電荷輸送材料、より特定的には、約35重量パーセントから約50重量パーセントまでの電荷輸送材料を含有する。

【0026】

電荷輸送層又は複数の電荷輸送層は、より特定的には、電荷生成層に接触した第1の電荷輸送層、及びその上の上部又は第2の電荷輸送層は、膜を形成するポリカーボネートのような電氣的に不活性なポリマー中に溶解又は分子的に分散させた電荷輸送性の小分子を含むことができる。

【0027】

電荷輸送性分子は、例えば、約20重量パーセントから約55重量パーセントまでの量で電荷輸送層内に存在するが、その例には、1-フェニル-3-(4'-ジエチルアミノスチリル)-5-(4''-ジエチルアミノフェニル)ピラゾリンなどのピラゾリン、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-テルフェニル]-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-テルフェニル]-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-テルフェニル]-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-テルフェニル]-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-テルフェニル]-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-テルフェニル]-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-テルフェニル]-4,4''-ジアミンなどのアリールアミン、N-フェニル-N-メチル-3-(9-エチル)カルバジリヒドラゾン及び4-ジエチルアミノベンズアルデヒド-1,2-ジフェニルヒドラゾンなどのヒドラゾン、2,5-ビス(4-N,N'-ジエチルアミノフェニル)-1,2,4-オキサジアゾールなどのオキサジアゾール、スチルベン、などが含まれ

10

20

30

40

50

る。

【0028】

電荷輸送層コーティング用混合物を混合し、その後それを電荷生成層に塗布するために多くのプロセスを用いることができる。典型的な塗布法には、スプレー、ディップ・コーティング、ロール・コーティング、巻き線ロッド・コーティングなどが含まれる。堆積させた電荷輸送コーティングの乾燥は、オープン乾燥、赤外線照射乾燥、空気乾燥などの任意の適切な従来の方法によって実施することができる。

【0029】

実施形態における各々の電荷輸送層の厚さは、約5ミクロンから約75ミクロンまでであるが、この範囲外の厚さも実施形態において選択することができる。電荷輸送層は、ホール輸送層に置かれた静電荷が、静電潜像をその上に形成し保持することを妨げるのに十分な速度で、照明のないときに伝導されない程度に絶縁体であることが必要である。一般に、電荷輸送層の電荷生成層に対する厚さの比は、凡そ2:1から200:1まで、場合によっては400:1とすることができる。電荷輸送層は使用目的の領域の可視光又は放射を実質的に吸収しないが、光導電層又は電荷生成層からの光により発生したホールの注入を可能にし、これらのホールを電荷輸送層自体を通して輸送し、活性層の表面上の表面電荷を選択的に放電することを可能にすることにおいて電氣的に「活性」である。

【0030】

上部の電荷輸送層は、電荷輸送層と同じ成分を含むことができ、その場合、電荷輸送性小分子と適切な電氣的不活性樹脂バインダとの間の重量比は、例えば、約0/100から約60/40まで、又は約20/80から約40/60までである。

【0031】

本明細書で開示される光導電体は、普通、電荷輸送層に連続的に接触する保護用の保護膜層(POC)を含有する。このPOC層は、(i)アクリル酸ポリオール、及び(ii)ポリプロピレングリコールなどのアルキレングリコール・ポリマーを含んだ成分を含むが、ここでアクリル酸ポリオールのプロピレングリコールに対する比は、例えば凡そ0.1:0.9から凡そ0.9:0.1までであり、POC層はさらに、ヒドロキシ官能基化シロキサン修飾ポリアクリル酸と、少なくとも1つの輸送化合物と、少なくとも1つの架橋剤とを含む。保護膜の組成物は、第1のポリマーとして約10から約20,000までの数のヒドロキシ基を有するアクリル酸ポリオールと、第2のポリマーとして、例えば約100から約20,000までの重量平均分子量を有するアルキレングリコールと、電荷輸送化合物と、ヒドロキシ官能基化シロキサン修飾ポリアクリル酸と、酸触媒と、架橋剤とを含むことができ、ここで、保護膜層全体は反応により高分子ネットワークとなる。架橋の割合を決定するのは困難であり、理論に制約されるのは望ましいことではないが、保護膜層は適切な値、例えば、約5パーセントから約50パーセントまで、約5パーセントから約25パーセントまで、約10パーセントから約20パーセントまで、そして実施形態においては約40パーセントから約65パーセントまで、架橋される。優れた光導電体の電氣的応答はまた、プレポリマーのヒドロキシ基とジヒドロキシアリアルアミン(DHTBD)のヒドロキシル基とが、架橋に利用可能なCYMEL(登録商標)の部分のようなメトキシアルキルよりも化学量論的に少ないときに達成することができる。

【0032】

光受容体の保護膜は、保護膜組成物を溶媒系内に分散させ、生成した保護膜コーティング溶液を受光表面、例えば、光受容体の上部の電荷輸送層、の上に塗布するステップを含む種々様々なプロセスによって、例えば約0.5ミクロンから約10ミクロンまで、又は約0.5ミクロンから約8ミクロンまでの厚さに塗布することができる。

【0033】

種々の実施形態により、保護膜層内に存在する架橋可能ポリマーは、ヒドロキシ官能基化シロキサン修飾ポリアクリル酸、ポリオール及び樹脂を形成するアクリル酸ポリオール膜の混合物を含むことができるが、ここで、例えば、架橋可能ポリマーは電氣的に絶縁性、半導体性又は導電性とすることができ、また、電荷輸送性又は非電荷輸送性とするこ

10

20

30

40

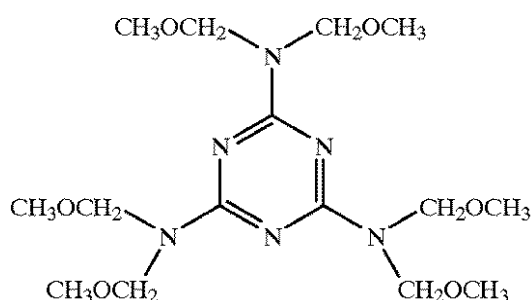
50

ができる。ポリオールは、高度に分岐したポリオールを含むが、ここで「高度に分岐した」は、例えば、十分な量のトリオールなどの3官能性アルコール、又はヒドロキシル基の少ない多官能性ポリオールを用いて、ポリマーの主鎖からの多数の分岐を含んだポリマーを形成するように合成されたプレポリマーを意味する。ポリオールは、例えば約10から約10,000までの数のヒドロキシル基を有することができ、例えばエーテル基を含むように置換することができるが、或いは、エーテル基を含まなくてもよい。適切なアクリル酸ポリオールは、例えば、エチレンオキシドで修飾したプロピレンオキシド、グリコール、トリグリセロール、及び類似物の反応生成物から生成することができるが、ここで、アクリル酸ポリオールは本明細書に示される化学式で表すことができる。

【0034】

保護膜層は実施形態において架橋剤及び触媒を含むが、ここで架橋剤は例えばメラミン架橋剤又は促進剤とすることができる。保護膜に架橋剤を混和させるとアクリル酸ポリオールと相互作用する反応部位をもたらし、分岐した架橋構造体を生成することができる。そのように混和させるときには、例えばトリオキサン、メラミン化合物、及びそれらの混合物を含んだ任意の適切な架橋剤又は促進剤を用いることができる。メラミン化合物を選択したときは、それらに官能基を付加することができ、その例には、メラミンホルムアルデヒド、メトキシメチル化メラミン化合物、例えば、グリコリルホルムアルデヒド及びベンゾグアナミンホルムアルデヒドなどがある。幾つかの実施形態においては、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むことができる。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、CYMEL（登録商標）303（Cytac Industriesより入手可能）とすることができるが、これは、化学式 $(CH_3OCH_2)_6N_3C_3N_3$ 及び次の構造を有するメトキシメチル化メラミン化合物である。

【化11】



【0035】

架橋は、保護膜成分を触媒の存在下で加熱することにより達成することができる。触媒の非限定的な例には、蔞酸、マレイン酸、石炭酸、アスコルビン酸、マロン酸、琥珀酸、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、及びそれらの混合物が含まれる。

【0036】

保護膜層にはまたブロック剤を含めることができ、このブロック剤は酸触媒に結合し又は酸触媒の効果を実質的にブロックして、酸触媒機能が必要になるまで溶液を安定にすることができる。従って、例えば、ブロック剤は溶液の温度が閾値温度より高くなるまで酸の効果をブロックすることができる。例えば、幾つかのブロック剤は溶液の温度が約100℃より高くなるまで酸の効果をブロックするために用いることができる。その時点で、ブロック剤は酸から分離して揮発する。分離した酸は自由となり重合を触媒する。そのような適切なブロック剤の例には、ピリジン、及びCytac Industries Incより入手可能なCYCAT（登録商標）4040のような市販のブロック剤含有酸溶液が含まれるが、それらに限定はされない。

【0037】

架橋のために用いられる温度は、特定の触媒、触媒量、加熱時間、及び所望の架橋度に

よって変化する。一般に、選択される架橋度は最終的な光受容体の所望の可撓性に依存する。例えば、完全な、即ち100%の架橋は、剛性ドラム又は板状光受容体に対して用いることができる。しかし、普通、例えばウェブ又はベルト状の形態を有する可撓性光受容体に対しては、部分的な架橋が選択される。所望の架橋度を達成するための触媒量は、ポリオール／アクリル酸ポリオールなどの特定のコーティング用溶液材料、触媒、温度、及び反応時間に依存して変化することになる。具体的には、ポリエステルポリオール／アクリル酸ポリオールは、約100℃と約150℃の間の温度で架橋される。p-トルエンスルホン酸を触媒としてポリオール／アクリル酸ポリオールに対して用いられる典型的な架橋温度は約140℃より低く、約40分間に対して例えば135℃である。酸触媒の典型的な濃度は、ポリオール／アクリル酸ポリオールの重量に基づいて、約0.01重量パーセントから約5重量パーセントまでである。架橋後、保護膜は、架橋前には可溶であった溶媒に実質的に不溶となり、溶媒に浸した布でこすったとき保護膜材料が何も落とされないようにする必要がある。架橋は、3次元ネットワークの成長をもたらし、それが輸送分子を架橋高分子ネットワーク内に拘束する。

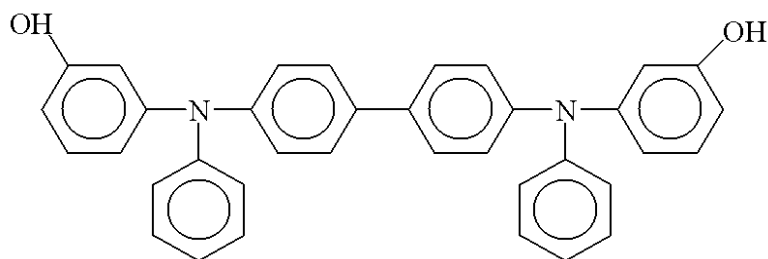
10

【0038】

保護膜層はまた、電荷輸送材料を含んで、例えば保護膜層内の電荷輸送移動度を向上させることができる。種々の実施形態により、電荷輸送材料は、(i)フェノール置換芳香族アミン、(ii)一級アルコール置換芳香族アミン、及び(iii)それらの混合物のうちの少なくとも1つからなる群から選択することができる。実施形態において、電荷輸送材料は、例えば、アルコール溶解性のジヒドロキシテルフェニルジアミン、アルコール溶解性ジヒドロキシTPD、次式で表される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[DHTPD]

20

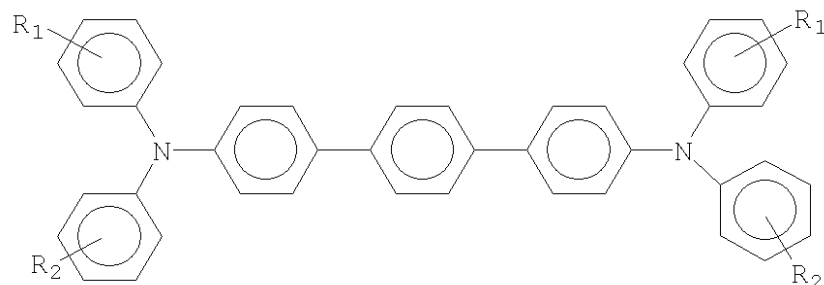
【化12】



30

次式で表されるテルフェニルアリールアミンなどのテルフェニルとすることができる。

【化13】



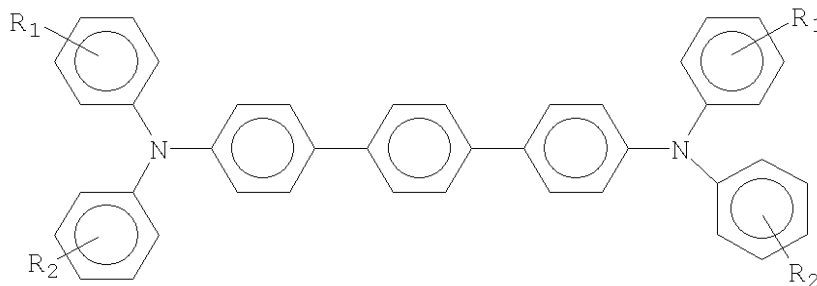
40

式中、各々のRは、アルキル、ヒドロキシなどの適切な置換基であって、より特定的には、 R_1-OH であり、 R_2 は、例えば、独立に、水素、 n を例えば1から約12までとする $-C_nH_{2n+1}$ 、約6個から約36個までの炭素原子を含むアラルキル基及びアリール基、からなる群から選択される。ジヒドロキシアリールアミン化合物は、 $-OH$ 基と、1つ又はそれ以上の芳香環を経た最近接の窒素原子との間に何ら直接的な共役がないものとする。直接的な共役」という表現は、ある $-OH$ 基と最近接の窒素原子との間に直接的に、1つ又はそれ以上の芳香環内に式 $-(C=C)_n-C=C-$ を有するセグメ

50

ントが存在することを意味する。—OH基と最近接窒素原子の間の1つ又はそれ以上の芳香環を通じた直接的な共役の例には、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のオルト又はパラ位に—OH基を有するフェニレン基を含む化合物、又は、関連する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又はパラ位に—OH基を有するポリフェニレン基を有する化合物が含まれる。アラルキル基の例には、例えば、 n を約1から約5まで、又は約1から約10までとする $-C_nH_{2n}-$ フェニル基が含まれる。アリール基の例には、例えば、フェニル、ナフチル、ビフェニルなどが含まれる。実施形態において、 R_1 が—OHであり各々の R_2 が n -ブチルであるとき、結果として生じる化合物は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。また実施形態において、ホール輸送化合物は、保護膜層の形成のために選択された溶媒に可溶である。テルフェニル電荷輸送分子の例は、次式で表すことができる。

【化14】



式中、各々の R_1 は—OHのような適切な置換基であり、 R_2 は例えば、水素、例えば n を1から約10まで、1から約5まで、又は1から約6までとするアルキル($-C_nH_{2n+1}$)、並びに、約6個から約30個まで、又は約6個から約20個までの炭素原子を有するアラルキル及びアリール基である。

【0039】

任意の適切な第2級又は第3級アルコール溶媒を、保護膜層の架橋ポリマー組成物を形成する膜の堆積に用いることができる。典型的なアルコール溶媒には、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-プロパノールなど、及びそれらの混合物が含まれるが、それらに限定されない。保護膜層を形成するために選択することができる他の適切な溶媒には、例えば、テトラヒドロフラン、モノクロロベンゼン、及びそれらの混合物が含まれる。これらの溶媒は、上記のアルコール溶媒に対する希釈液として用いることができるが、或いはそれらは省略することができる。しかし、幾つの実施形態においては、高沸点アルコール溶媒は、効果的な架橋を妨害する可能性があるときは除去する必要があるため、それらの使用を最少にするか又は避けることが有用となる可能性がある。実施形態において、保護膜溶液に用いられる、架橋可能ポリマー、電荷輸送材料、ヒドロキシ官能基化シロキサン修飾ポリアクリル酸、架橋剤、酸触媒、及びブロック剤を含む成分は、溶媒又は保護膜形成のために用いられる溶媒に可溶又は実質的に可溶であることが必要である。

【0040】

保護膜層の厚さは、用いられるシステム内における帯電系(例えばバイアス帯電ロール)の磨耗性、洗浄(例えばブレード又はウェブ)、現像(例えばブラシ)、転写(例えばバイアス転写ロール)などに依存し得るが、例えば約1又は約2ミクロンから約10又は約15ミクロンまで、或いはそれ以上である。種々の実施形態において、保護膜層の厚さは約1マイクロメートルから約5マイクロメートルまでとすることができる。保護膜層を塗布するための典型的な塗布法には、スプレー、ディップ・コーティング、ロール・コーティング、巻き線ロッド・コーティングなどを含めることができる。堆積させた保護膜層の乾燥は、オープン乾燥、赤外線照射乾燥、空気乾燥などの任意の適切な従来の方法により実施することができる。本開示の乾燥した保護膜層は、画像形成中に電荷を輸送する必

要がある。

【0041】

乾燥した保護膜層内において、組成物は約40重量パーセントから約90重量パーセントまでの膜形成架橋可能ポリマー、及び約60重量パーセントから約10重量パーセントまでの電荷輸送材料を含むことができる。例えば、実施形態において、電荷輸送材料は、約20重量パーセントから約50重量パーセントまでの量を保護膜層に混和させることができる。所望ならば、保護膜層にはまた、他の材料、例えば導電性充填材、耐磨耗充填材などを、任意の適切な既知の量含めることができる。理論に制約されるのは望ましくないが、触媒は、アクリル酸ポリオール、ポリアルキレングリコール、ヒドロキシ官能基化シロキサン修飾ポリアクリル酸のようなポリマーを有する中央領域内に配置することができ、その際、電荷輸送成分は触媒と結合し、実施形態においては中央領域から延びる。電荷輸送層又は少なくとも1つの電荷輸送層に随意に混和させて、例えば改善した横方向電荷マイグレーション（LCM）耐性を可能にする成分又は材料の例には、ヒンダード・フェノール系酸化防止剤、例えば、テトラキスメチレン（3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシヒドロ桂皮酸）メタン（IRGANOX（登録商標）1010、Ciba Specialty Chemicalより入手可能）、ブチル化ヒドロキシトルエン（BHT）、及び他の既知のヒンダード・フェノール系酸化防止剤が含まれる。

10

【0042】

[実施例I]

3. 5ミルの厚さを有する2軸性配向ポリエチレンナフタレート基材（KALEDEX（登録商標）2000）の上にコーティングされた（コーター装置）0.02マイクロメートル厚のチタン層を設け、その上にグラビア塗布器により、50グラムの3-アミノプロピルトリエトキシシラン、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、及び200グラムのヘプタンを含んだ溶液を塗布することにより、画像形成部材又は光導電体を作成した。この層は次いで、コーターの強制空気乾燥器中において135℃で約5分間乾燥させた。生成したブロック層は、500オングストロームの乾燥時厚さを有した。次に接着層をブロック層の上に、グラビア塗布器を用いてウェット・コーティングを塗布して作成したが、その接着層は、溶液の全重量に基づく0.2重量パーセントのコポリエステル接着剤（ADREL（登録商標）D100、Toyotsu Hsutsu Inc.より入手可能）を含んでいたが、この接着剤は60:30:10の体積比のテトラヒドロフラン／モノクロロベンゼン／塩化メチレン混合溶液中に含まれていた。接着層は次いで、コーターの強制空気乾燥器中において135℃で約5分間乾燥させた。生成した接着層は、200オングストロームの乾燥時厚さを有した。

20

30

【0043】

電荷生成層用分散は、0.45グラムの三菱ガス化学株式会社より入手可能な重量平均分子量が20,000である既知のポリカーボネートIUPILON（登録商標）200（PCZ-200）又はPOLYCARBONATE Z（登録商標）、及び50ミリリットルのテトラヒドロフランを4オンスのガラス瓶に入れて調製した。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（タイプV）及び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の小球を加えた。次にこの混合物をボールミル中に8時間入れた。その後、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、これをヒドロキシガリウムフタロシアニン分散に加えた。次にこのスラリーをシェーカーに10分間入れた。その後、生成した分散を上記の接着界面にバード・アプリーケータを用いて塗布し、0.25ミルの濡れ状態厚を有する電荷生成層を形成した。ブロック層及び接着層をもつ基材ウェブの1つの縁にそった10ミリメートル幅のストリップを、ゆっくりとあらゆる電荷生成層材料から離して、後で塗布されるグラウンド・ストリップ層との適切な電氣的接触を助長する。電荷生成層は、熱風乾燥器内において120℃で1分間乾燥させて、0.4マイクロメートルの厚さを有する乾燥電荷生成層を形成した。

40

【0044】

50

得られた画像形成部材ウェブは、次に2つの電荷輸送層で上塗りした。具体的には、電荷生成層は電荷生成層と接触する電荷輸送層（底部層）で上塗りした。電荷輸送層の底部層は、アンバー・ガラス瓶内に1：1の重量比で、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'-ジアミンと、Farbenfabriken Bayer A. G. から市販されている約50，000から約100，000までの平均分子量を有する既知のポリカーボネート樹脂であるMAKROLON 5705（登録商標）とを入れることによって調製した。得られた混合物は次に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む溶液を作成した。この溶液を電荷生成層上に塗布して、乾燥（135℃、5分間）後の厚さ14.5ミクロンを有する底部層コーティングを形成した。このコーティング・プロセス中、湿度は15パーセントに等しいか又はそれ以下であった。

10

【0045】

次に電荷輸送層の底部層を上部電荷輸送層で上塗りした。上部層の電荷輸送層溶液は、底部層に対して上述されたのと同様に調製した。上記の電荷輸送層の底部層の上に上部層溶液を塗布した。上記の全ての層を含む、結果として得られた層は、熱風乾燥器内で5分間135℃でアニールし、その後、約23℃から約26℃までの周囲室温温度まで冷却して、底部及び上部電荷輸送層の各々に対して14.5ミクロンの厚さを生じた。コーティング・プロセス中、湿度は15パーセントに等しいか又はそれ以下であった。

【0046】

[実施例 I I]

20

上部保護膜コーティング溶液の調製

保護膜コーティング溶液は、10グラムのPOLYCHEM（登録商標）7558-B-60（OPCポリマーより入手したアクリル酸ポリオール）と、4グラムのPPG2K（Sigma-Aldrichより入手した重量平均分子量2，000を有するポリプロピレングリコール）と、6グラムのCYMEL（登録商標）1130（Cytac Industries Inc. より入手したメチル化ブチル化メラミン・ホルムアルデヒド架橋剤）と、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]-ビフェニルジアミン（DHTPD）と、5.5グラム[1重量パーセント]の、DOWANOL（登録商標）PM（DOW CHEMICAL COMPANYより入手した1-メトキシ-2-プロパノール）60グラム中の8パーセントp-トルエンスルホン酸と、を混合することにより調製した。

30

【0047】

1/8ミルのバード・バーを用いて、実施例 I の光導電体を上記の保護膜溶液で上塗りした。結果として得られた保護膜は、熱風乾燥器内において2分間125℃で乾燥させて、3ミクロン厚の保護膜を生じたが、この保護膜は実質的に架橋されてメタノール又はエタノールに実質的に不溶であった。

【0048】

[実施例 I I I]

保護膜コーティング溶液は、10グラムのPOLYCHEM（登録商標）7558-B-60（OPCポリマーより入手したアクリル酸ポリオール）と、4グラムのPPG2K（Sigma-Aldrichより入手した重量平均分子量2，000を有するポリプロピレングリコール）と、6グラムのCYMEL（登録商標）1130（Cytac Industries Inc. より入手したメチル化ブチル化メラミン・ホルムアルデヒド架橋剤）と、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]-ビフェニルジアミン（DHTPD）と、5.5グラム[1重量パーセント]の、DOWANOL（登録商標）PM（DOW CHEMICAL COMPANYより入手した1-メトキシ-2-プロパノール）60グラム中の8パーセントp-トルエンスルホン酸と、1.5グラムのSILCLEAN（登録商標）3700（BYK-Chemie USAより入手可能なヒドロキシル化シリコンアクリル酸）とを240ミリリットルの瓶に加えることにより調製した。

40

50

【0049】

1/8ミルのバード・バーを用いて、実施例Iの光導電体を上記の保護膜溶液で上塗りした。結果として得られた保護膜は、熱風乾燥器内において2分間125℃で乾燥させて、3ミクロン厚の保護膜を生じたが、この保護膜は実質的に架橋されてメタノール又はエタノールに不溶又は実質的に不溶であった。

【0050】

[実施例IV]

保護膜コーティング溶液は、10グラムのPOLYCHEM（登録商標）7558-B-60（OPCポリマーより入手したアクリル酸ポリオール）と、4グラムのPPG2K（Sigma-Aldrichより入手した重量平均分子量2,000を有するポリプロピレングリコール）と、6グラムのCYMEL（登録商標）1130（Cytac Industries Inc.より入手したメチル化ブチル化メラミン・ホルムアルデヒド架橋剤）と、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]-ビフェニルジアミン（DHTPD）と、5.5グラム[1重量パーセント]の、DOWANOL（登録商標）PM（DOW CHEMICAL COMPANYより入手した1-メトキシ-2-プロパノール）60グラム中の8パーセントp-トルエンスルホン酸と、1.5グラムのTEGO（登録商標）Protect 5000（Goldschmidt Chemical Companyより入手可能なヒドロキシ官能基化ポリジメチルシロキサンコポリマー）と、を240ミリリットルの瓶に加えることにより調製した。内容物は、完全な溶液が得られるまで攪拌した。

【0051】

1/8ミルのバード・バーを用いて、実施例Iの光導電体を上記の保護膜溶液で上塗りした。結果として得られた保護膜は、熱風乾燥器内において2分間125℃で乾燥させて、3ミクロン厚の保護膜を生じたが、この保護膜は実質的に架橋されてメタノール又はエタノールに不溶又は実質的に不溶であった。

【0052】

[実施例V]

（シロキサン非含有）

保護膜コーティング溶液は、10グラムのPOLYCHEM（登録商標）7558-B-60（OPCポリマーより入手したアクリル酸ポリオール）と、4グラムのPPG2K（Sigma-Aldrichより入手した重量平均分子量2,000を有するポリプロピレングリコール）と、6グラムのCYMEL（登録商標）1130（Cytac Industries Inc.より入手したメチル化ブチル化メラミン・ホルムアルデヒド架橋剤）と、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]-ビフェニルジアミン（DHTPD）と、5.5グラム[1重量パーセント]の、DOWANOL（登録商標）PM（DOW CHEMICAL COMPANYより入手した1-メトキシ-2-プロパノール）60グラム中の8パーセントp-トルエンスルホン酸と、1.5グラムのTEGO（登録商標）GLIDE 410（Goldschmidt Chemical Co.より入手可能なヒドロキシル基を含有しない、ポリエーテルとシロキサンのコポリマー）と、を240ミリリットルの瓶に加えることにより調製した。

【0053】

1/8ミルのバード・バーを用いて、実施例Iの光導電体を上記の保護膜溶液で上塗りした。結果として得られた膜は、熱風乾燥器内において2分間125℃で乾燥させて、3ミクロン厚の保護膜を生じたが、この保護膜は実質的に架橋されてメタノール又はエタノールに不溶又は実質的に不溶であった。

【0054】

電気特性試験

上記の作成された光導電体（実施例II、III、IV、及びV）をスキャナ装置内で試験して、1つの帯電-消去サイクルとそれに続く1つの帯電-露光-消去サイクルで順

10

20

30

40

50

序付けられた光誘起放電サイクルを得たが、その際、光強度はサイクルとともに一定量ずつ増加させて一連の光誘起放電特性曲線を生成し、その曲線から種々の露光強度における感光性及び表面電位を測定した。付加的な電気的特性を、表面電位を増加させながら一連の帯電－消去サイクルを得て幾つかの電圧対電荷密度曲線を生成した。スキャナにはスコロトロン装置を装備して、種々の表面電位において定電圧の帯電となるようにした。光導電体は500ボルトの表面電位において、電荷生成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取得システムを用いて、露光強度を一定量ずつ増加させて試験した。露光光源は780ナノメートル電荷生成ダイオードであった。電子写真シミュレーションは、周囲条件（45パーセント相対湿度及び20℃）において環境制御型遮光チャンバ内で完了した。そのデバイス即ち光導電体はまた、帯電－放電－消去により電氣的に10,000サイクルまで循環させた。光誘起放電特性（PIDC）曲線は、上記の作成された光導電体の各々に対してサイクル＝0及びサイクル＝10,000の両方において生成した。結果は表1に要約される。

表1

	V(3.5 ergs/cm ²) (V)	
	Cycle = 0	Cycle = 10,000
実施例 I I	94	150
実施例 I I I	96	153
実施例 I V	92	144
実施例 V	94	146

上記のデータは、シロキサン添加剤を保護膜に組み入れることが光導電体の電気的特性に悪影響を及ぼさないことを示している。

【0055】

引掻き抵抗性の試験

表面粗さを表す R_q は、表面プロファイル計量器で計測したときの不十分な引掻き抵抗性を表す等級1及び優れた引掻き抵抗性を表す等級5による、引掻き抵抗性評価のための標準メトリックとしての二乗平均平方根粗さと考えることができる。より具体的には、 R_q 計測値が0.3ミクロンより大きな場合には等級1、0.2ミクロンと0.3ミクロンの間の R_q に対しては等級2、0.15ミクロンと0.2ミクロンの間の R_q に対しては等級3、0.1ミクロンと0.15ミクロンの間の R_q に対しては等級4、 R_q が0.1ミクロン未満の場合には最良又は優秀な引掻き抵抗性である等級5である。

【0056】

上記の作成された4つの光導電性ベルト（実施例 I I、I I I、I V、及びV）を1インチの幅及び12インチの長さのストリップに切り込んで、3ローラー型屈曲装置内で屈曲させた。各々のベルトは、1.11b／インチの張力を受け、各ローラーは直径が1／8インチであった。ポリウレタンの「スポット・ブレード」を5度と15度の間の角度で各ベルトに接触して配置した。約100マイクロメートルの直径を有するキャリア・ビーズを両面テープによりスポット・ブレードに貼付した。これらのビーズは、200のシミュレートされた画像形成サイクルに対して、光導電体がスポット・ブレードに接触して回転するとき各々のベルトの表面を打った。次に、各々の引っ掻かれた領域の表面形態を解析した。結果は表2に要約される。

表2

試料	R_q 、ミクロン	等級
実施例 I I	0.08	5
実施例 I I I	0.07	5
実施例 I V	0.08	5
実施例 V	0.13	4

10

20

30

40

50

上記のデータは、ヒドロキシシロキサンコポリマーを保護膜に組み入れることが保護膜を付けたデバイスの引掻き抵抗性に悪影響を及ぼさないことを示している。より具体的には、二乗平均平方根粗さ R_q は、実施例 I I I 及び I V（ヒドロキシシロキサンコポリマーを含有する）に対して 0.07 ミクロンにとどまり、これは実施例 I I（シロキサン添加剤なしの保護膜）と類似している。しかし、ヒドロキシル基をもたないシロキサン添加剤を組み入れる（実施例 V）ことは引掻き抵抗性をほぼ 50 パーセント減少させる（ R_q は 0.07 ミクロンから 0.13 ミクロンへ増加する）。

【0057】

水接触角

上記の作成された 4 つの光導電性ベルト（実施例 I I、I I I、I V、及び V）について、Contact Angle System OCA（Dataphysics Instruments GmbH、OCA15 型）を用いて、周囲温度約 23℃における水の接触角を解析した。液相として脱イオン水を用いた。各々の光導電体に対して、少なくとも 10 回の測定を行い、それらの平均値を記録した。結果は表 3 に要約される。

表 3

試料	水接触角、度
実施例 I I	85
実施例 I I I	101
実施例 I V	102
実施例 V	101

【0058】

表面の水接触角は、その表面の表面エネルギーに直接関連する。90 度を上回る接触角は、表面が疎水性、又は濡れ性が低いことを示し、一方 90 度を下回る接触角は、表面の濡れ性が高くゴミ及びくずを引き付けることになることを示す。シロキサン添加剤を保護膜に組み入れる（実施例 I I I、I V 及び V）ことは、保護膜の濡れ性を低くし、このことが容易なトナー移動、十分な光受容体の洗浄、及び光受容体のプリント中における低いトルクを可能にする。シロキサン添加剤を含有しない保護膜表面（実施例 I I）の水接触角は 85 度にしかならず、表面を親水性にしてより多くゴミを引き付ける。実施例 V においては、保護膜の接触角は 101 度であるが、保護膜は架橋された OC に十分に結合していないので、数回のプリント・サイクル後には表面から少なくとも部分的に剥がれる。さらに、実施例 V の R_q は引掻き傷を受け易い表面であることを示している。

【0059】

X 線光電子分光

上記の作成された 4 つの光導電体ベルト（実施例 I I、I I I、I V、及び V）について、試料表面の上部 2 ナノメートルから 5 ナノメートルまでの元素の化学的状態及び定量分析を与える表面解析法である既知の X 線光電子分光（XPS）法を用いて、保護膜内のシロキサン分布を分析した。直径約 800 ミクロンの領域を分析した。1 cm² の断面をモリブデンのマスクの下に保持した。この方法の検出限界は、上部 2 ナノメートルから 5 ナノメートルまでに対して、約 0.1 原子パーセントであった。定量分析の精度は、主要な成分に関しては 5 パーセント以内、副次的な成分に関しては 10 パーセント以内である。保護膜は、アルゴン・イオンで 2 分間エッチングして表面層を除去し、次いで再分析した。3 keV のアルゴン・イオンからなるイオン・ビームを 1 mm² の領域にわたって走査した。エッチングは、BLS 標準膜に対して校正すると、表面から毎分約 180 オングストロームの材料を除去したことになる。プロフィルは、1 時間の深さのプロフィルに至るまで、2 分間のエッチング後に打ち切った。シリコンが検出されなくなったときに分析を終了した。これらの測定の結果は、シロキサン成分が保護膜の表面だけでなく保護膜内部の少なくとも 0.5 ミクロンから 1 ミクロンまでにも存在することを示した。このような結果は、長時間に及ぶ電子写真画像形成サイクルにわたって、シロキサンの存在及びデ

バイスの低い表面エネルギーを可能にする。

フロントページの続き

- (72)発明者 ケニー テューアン ディン
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14580 ウェブスター ヴァイキング サークル 136
7
- (72)発明者 ジョン エフ ヤヌス
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14580 ウェブスター リトル バードフィールド ロー
ド 924
- (72)発明者 レイモンド ケイ クランドール
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14622 ロチェスター カルヴァー ロード 2743
アパートメント ビー39
- (72)発明者 エドワード ジェイ ラディガン ジュニア
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14546 スコッツヴィル スコッツヴィル マムフォード
ロード 1109

審査官 中村 直子

- (56)参考文献 特開2006-350163 (JP, A)
特開2007-025155 (JP, A)
特開2003-295490 (JP, A)
特開2006-330086 (JP, A)
特開2005-115353 (JP, A)
特開平08-095280 (JP, A)
特開2002-244330 (JP, A)
特開2008-299327 (JP, A)
特開2004-252460 (JP, A)
特開平2-226254 (JP, A)
特開昭53-027033 (JP, A)
特開昭59-078354 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
G03G 5/147