

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3774586号

(P3774586)

(45) 発行日 平成18年5月17日(2006.5.17)

(24) 登録日 平成18年2月24日(2006.2.24)

(51) Int.Cl.

G03G 5/06 (2006.01)

F I

G03G 5/06 370

請求項の数 6 (全 18 頁)

(21) 出願番号	特願平10-376938	(73) 特許権者	000001007
(22) 出願日	平成10年12月28日(1998.12.28)		キヤノン株式会社
(65) 公開番号	特開2000-194150(P2000-194150A)		東京都大田区下丸子3丁目30番2号
(43) 公開日	平成12年7月14日(2000.7.14)	(74) 代理人	100090538
審査請求日	平成15年9月26日(2003.9.26)		弁理士 西山 恵三
		(74) 代理人	100096965
			弁理士 内尾 裕一
		(72) 発明者	田中 正人
			東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キ
			ヤノン株式会社内
		審査官	磯貝 香苗
		(56) 参考文献	特開平11-242348(JP,A)
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 電子写真感光体、該電子写真感光体を有するプロセスカートリッジ及び電子写真装置

(57) 【特許請求の範囲】

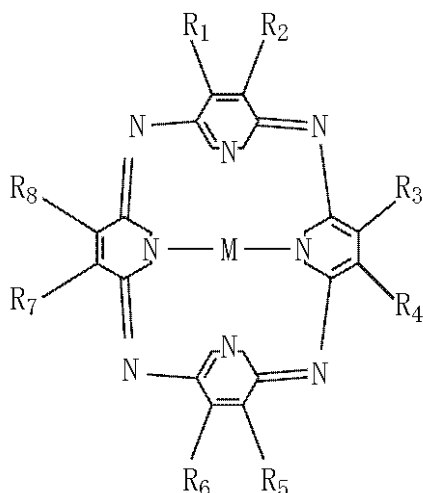
【請求項1】

導電性支持体及び該導電性支持体上に形成された感光層を有する電子写真感光体において、

該感光層が、下記一般式(1)で示されるテトラアザポルフィリン化合物を含有することを特徴とする電子写真感光体。

一般式(1)

【化 1】



10

上記一般式(1)中、 R_1 と R_2 、 R_3 と R_4 、 R_5 と R_6 、 R_7 と R_8 の同一ピロール環上の置換基が、置換基を有してもよいアミノ基とシアノ基との組み合わせよりなり、Mは水素、軸配位子を有してもよい金属を示す。

【請求項 2】

20

前記一般式(1)において、Mが、Mg、Zn、Ni、Cu、VO、TiO、GaCl、GaBr、GaOH、SnCl₂、Sn(OH)₂、InCl、AlCl、AlOH、MnClまたはMnOHである請求項1に記載の電子写真感光体。

【請求項 3】

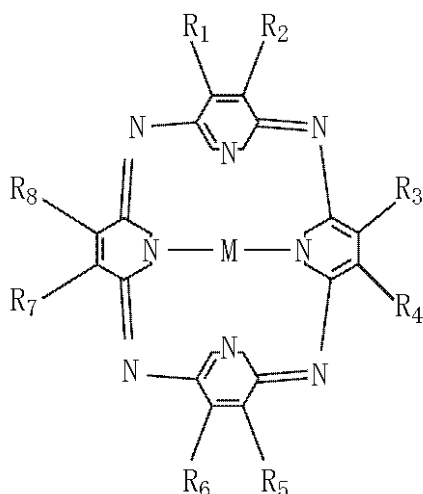
導電性支持体及び該導電性支持体上に形成された感光層を有する電子写真感光体において、

該感光層が、下記一般式(1)'で示されるテトラアザポルフィリン化合物を含有することを特徴とする電子写真感光体。

一般式(1)'

【化 2】

30



40

上記一般式(1)'中、 $R_1 \sim R_8$ は、アルキル基及びニトロ基から選ばれる少なくとも一方を有するフェニル基であり、Mは水素、軸配位子を有してもよい金属を示す。

【請求項 4】

前記一般式(1)'において、MがMg、Zn、Ni、Cu、VO、TiO、GaCl、GaBr、GaOH、SnCl₂、Sn(OH)₂、InCl、AlCl、AlOH、

50

MnCl または MnOH より選ばれる請求項 3 に記載の電子写真感光体。

【請求項 5】

請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の電子写真感光体と、帯電手段、現像手段及びクリーニング手段からなる群より選ばれる少なくとも一つの手段と、を一体に支持し、電子写真装置本体に着脱自在であることを特徴とするプロセスカートリッジ。

【請求項 6】

請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の電子写真感光体、帯電手段、像露光手段、現像手段及び転写手段を有することを特徴とする電子写真装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

10

【発明の属する技術分野】

本発明は電子写真感光体並びに該電子写真感光体を備えたプロセスカートリッジ及び電子写真装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、電子写真感光体とあいては、セレン、硫化カドミウム、酸化亜鉛等を主成分とする感光層を有するの無機感光体が広く用いられていた。一方、有機光導電性物質を用いた電子写真感光体としては、ポリ-N-ビニルカルバゾールに代表される光導電性ポリマーや、2,5-ビス(p-ジエチルアミノフェニル)-1,3,4-オキサジアゾールのような低分子の有機光導電性物質を用いたもの、更には、かかる有機光導電性物質と各種染料や顔料を組み合わせたもの等が知られている。

20

【0003】

有機光導電性物質を用いた電子写真感光体は、成膜性が良く、塗工によって生産できるため、生産性が高く、安価な電子写真感光体を提供できる利点を有している。また、使用する染料や顔料等の選択により、感色性を自在にコントロールできる等の利点を有し、これまで幅広い検討がなされてきた。特に最近では、有機光導電性染料や顔料を含有した電荷発生層と光導電性ポリマーや低分子の有機光導電性物質を含有した電荷輸送層を積層した機能分離型感光体の開発により、従来の有機電子写真感光体の欠点とされていた感度や耐久性に著しい改善がなされてきた。

【0004】

30

アゾ顔料は優れた光導電性を示し、しかもアゾ成分とカブラー成分の組み合わせ方で様々な特性を持った化合物が容易に得られることから、これまで、数多くの化合物が提案されており、例えば特開昭54-22834号公報、特開昭58-177955号公報、特開昭58-194035号公報、特開昭61-215556号公報、特開昭61-241763号公報、特開昭63-17456号公報等が挙げられる。しかしながら、従来のアゾ顔料を用いた電子写真感光体は、感度や繰り返し使用時の電位安定性の面で必ずしも十分なものとはいえず、実用化されているのはごく僅かな材料のである。

【0005】

また、フタロシアニン系顔料は着色用途の他、電子写真感光体、太陽電池センサー等に用いられる電子材料として注目され、検討されているが、本発明のテトラアザポルフィリン系については殆ど報告されていない。

40

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、新規な電子写真感光体を提供すること、高感度特性と繰り返し使用時の安定した電位特性を有した電子写真感光体を提供すること、該電子写真感光体を用いたプロセスカートリッジ並びに電子写真装置を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】

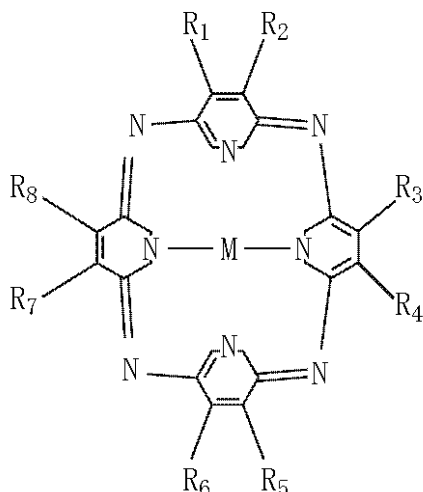
本発明は、導電性支持体及び該導電性支持体上に形成された感光層を有する電子写真感光体において、

50

該感光層が、下記一般式(1)で示されるテトラアザポルフィリン化合物を含有することを特徴とする電子写真感光体から構成される。

一般式(1)

【化3】



10

上記一般式(1)中、 R_1 と R_2 、 R_3 と R_4 、 R_5 と R_6 、 R_7 と R_8 の同一ピロール環上の置換基が、置換基を有してもよいアミノ基とシアノ基との組み合わせよりなり、Mは水素、軸配位子を有してもよい金属を示す。

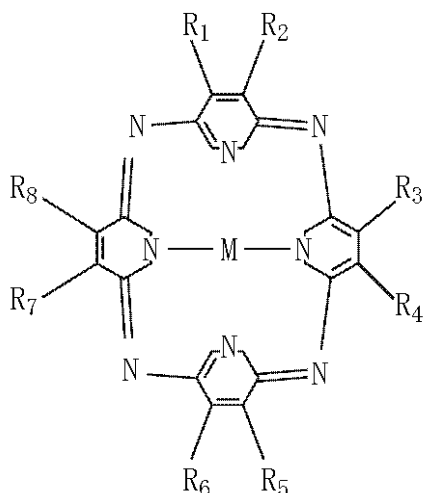
20

また、本発明は、導電性支持体及び該導電性支持体上に形成された感光層を有する電子写真感光体において、

該感光層が、下記一般式(1)'で示されるテトラアザポルフィリン化合物を含有することを特徴とする電子写真感光体から構成される。

一般式(1)'

【化4】



30

40

上記一般式(1)'中、 $R_1 \sim R_8$ は、アルキル基及びニトロ基から選ばれる少なくとも一方を有するフェニル基であり、Mは水素、軸配位子を有してもよい金属を示す。

【0008】

また、本発明は、前記本発明の電子写真感光体と、帯電手段、現像手段、クリーニング手段からなる群より選ばれる少なくとも一つ的手段と、を一体に支持し、電子写真装置本体に着脱自在であることを特徴とするプロセスカートリッジから構成される。

【0009】

50

また、本発明は、前記本発明の電子写真感光体、帯電手段、像露光手段、現像手段及び転写手段を有することを特徴とする電子写真装置から構成される。

【 0 0 1 0 】

【発明の実施の形態】

上記表現のアルキル基としてはメチル、エチル、プロピル等の基が挙げられる。

【 0 0 1 1 】

上記表現の置換基としてはメチル、エチル、プロピル、ブチル等のアルキル基、フェニル、ピフェニル、ナフチル等のアリール基、メトキシ、エトキシ等のアルコキシ基、メチルアミノ、エチルアミノ、ジメチルアミノ、ジエチルアミノ等のアルキルアミノ基、フェニルアミノ、ジフェニルアミノ等のアリールアミノ基、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子のハロゲン原子、ニトロ基、シアノ基、トリフルオロメチル等のハロメチル基等が挙げられる。

10

【 0 0 1 2 】

Mの軸配位子としてはハロゲン原子、酸素原子、ヒドロキシ基、アルコキシ基、アミノ基、アルキルアミノ基等が挙げられる。

【 0 0 1 3 】

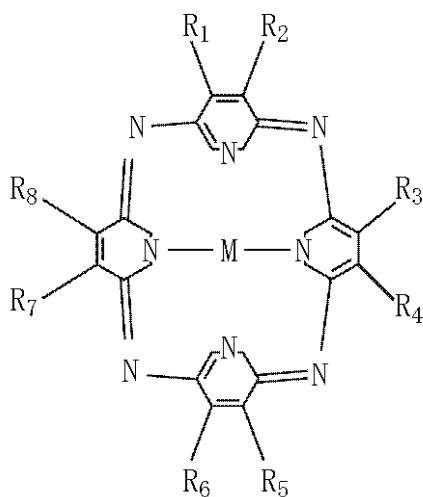
次に、一般式 (1) または一般式 (1) ' で示されるテトラアゾポリフィリン化合物の例を挙げるが、本発明は、これ等に限定されるものではない。

【 0 0 1 4 】

テトラアゾポリフィリン例示化合物基本型

20

【化 5】



30

【表 1】

表1

	例示化合物 1	例示化合物 2	例示化合物 3	例示化合物 4	例示化合物 5
R 1	-CN	-CN	-CN	-CN	-CN
R 2	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu
R 3	-CN	-CN	-CN	-NH-t-Bu	-CN
R 4	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-CN	-NH-t-Bu
R 5	-CN	-CN	-NH-t-Bu	-CN	-CN
R 6	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-CN	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu
R 7	-CN	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-CN
R 8	-NH-t-Bu	-CN	-CN	-CN	-NH-t-Bu
M	Mg	Mg	Mg	Mg	H, H

【表 2】

表 2

	例示化合物 6	例示化合物 7	例示化合物 8	例示化合物 9	例示化合物 10
R ₁	-CN	-CN	-CN	-CN	-CN
R ₂	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu
R ₃	-CN	-CN	-CN	-CN	-CN
R ₄	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu
R ₅	-CN	-CN	-NH-t-Bu	-CN	-CN
R ₆	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-CN	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu
R ₇	-CN	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-CN	-NH-t-Bu
R ₈	-NH-t-Bu	-CN	-CN	-NH-t-Bu	-CN
M	H, H	H, H	H, H	Cu	Cu

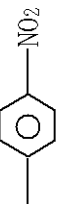
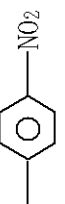
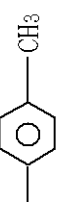
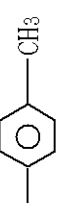
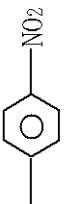
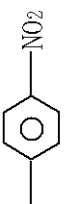
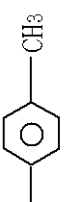
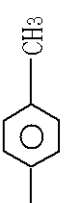
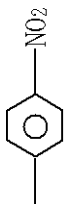
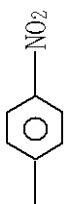
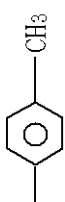
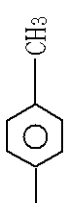
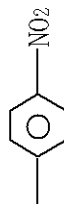
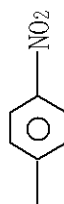
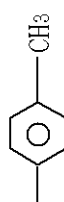
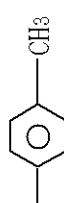
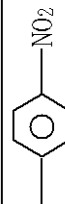
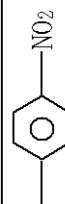
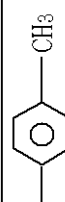
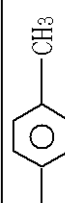
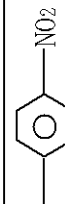
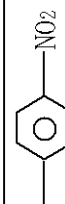
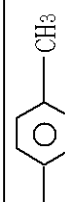
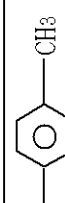
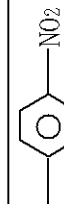
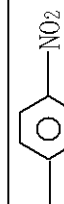
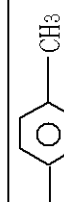
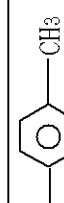
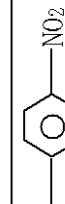
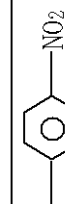
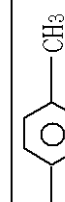
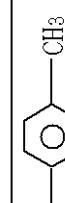
【表 3】

表 3

	例示化合物 1 1	例示化合物 1 3	例示化合物 1 4	例示化合物 1 5	例示化合物 1 6
R ₁	-CN	-CN	-CN	-CN	-CN
R ₂	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu
R ₃	-CN	-CN	-CN	-CN	-NH-t-Bu
R ₄	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-CN
R ₅	-NH-t-Bu	-CN	-CN	-NH-t-Bu	-CN
R ₆	-CN	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-CN	-NH-t-Bu
R ₇	-NH-t-Bu	-CN	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu	-NH-t-Bu
R ₈	-CN	-NH-t-Bu	-CN	-CN	-CN
M	Cu	V0	V0	V0	V0

【表 4】

表 4

	例示化合物 3 7	例示化合物 3 8	例示化合物 3 9	例示化合物 4 0
R ₁				
R ₂				
R ₃				
R ₄				
R ₅				
R ₆				
R ₇				
R ₈				
M	H, H	Cu	H, H	Cu

【 0 0 1 5 】

本発明の電子写真感光体は、導電性支持体上に一般式 (1) または一般式 (1) ' で示されるテトラアザポルフィリン化合物を含有する感光層を有する。感光層の形態は公知のいかなる形態であってもよいが、一般式 (1) または一般式 (1) ' で示されるテトラアザポルフィリン化合物を含有する層を電荷発生層とし、これに電荷輸送層を積層した機能分離型の感光層が特に好ましい。

【 0 0 1 6 】

電荷発生層は、前記のテトラアザポルフィリン化合物を適当な溶剤中で、バインダー樹脂と共に分散した塗布液を、導電性支持体上に公知の方法によって塗布することによって形成することができ、その膜厚は 5 μm 以下、好ましくは 0 . 1 ~ 1 μm の薄膜層とすることが望ましい。

【 0 0 1 7 】

バインダー樹脂は、広範な絶縁性樹脂あるいは有機光導電性ポリマーから選択されるが、置換または無置換のポリビニルブチラール、ポリビニルベンザール、ポリアリレート、ポリカーボネート、ポリエステル、フェノキシ樹脂、セルロース樹脂、アクリル樹脂、ポリウレタン等が好ましく、置換基としてはフッ素原子、塩素原子、等のハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、ニトロ基、トリフルオロメチル基、シアノ基等が挙げられる。

また、バインダー樹脂の使用量は電荷発生層中の含有率で80重量%以下、好ましくは50重量%以下である。

【0018】

また、使用する溶剤は、前記の樹脂を溶解し、後述の電荷輸送層や下引き層を溶解しないものから選択することが好ましい。具体的には、テトラヒドロフラン、1,4-ジオキサン等のエーテル類、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン等のケトン類、N,N-ジメチルホルムアミド等のアミド類、酢酸ブチル、酢酸エチル等のエシテル類、トルエン、キシレン、クロロベンゼン等の芳香族炭化水素化合物、メタノール、エタノール、2-プロパノール等のアルコール類、クロロホルム、塩化メチレン等の脂肪族炭化水素化合物等が挙げられる。

10

【0019】

電荷輸送層は電荷発生層の上または下に積層され、電界の存在下電荷発生層から電荷キャリアを受け取り、これを輸送する機能を有している。電荷輸送層は、電荷輸送物質を必要に応じて適当なバインダー樹脂と共に溶剤中に溶解した塗布液を塗布することによって形成され、その膜厚は一般的には5~40 μm 、好ましくは10~25 μm が望ましい。

【0020】

電荷輸送物質には、電子輸送物質と正孔輸送物質があり、電子輸送物質としては、2,4,7-トリニトロフルオレノン、2,4,5,7-テトラニトロフルオレノン、クロラニル、テトラシアノキノジメタン等の電子吸引性物質やこれ等電子吸引性物質を高分子化したもの等が挙げられ、正孔輸送物質としては、ピレン、アントラセン等の多環芳香族化合物、カルバゾール、インドール、イミダゾール、オキサゾール、チアゾール、オキサジアゾール、ピラゾール、ピラゾリン、チアジアゾール、トリアゾール系化合物等の複素環化合物、p-ジエチルアミノベンズアルデヒド-N,N-ジフェニルヒドラゾン、N,N-ジフェニルヒドラジノ-3-メチリデン-9-エチルカルバゾール等のヒドラゾン系化合物、-フェニル-4'-N,N-ジフェニルアミノスチルベン、5-[4-(ジ-p-トリルアミノ)ベンジリデン]-5H-ジベンゾ[a,d]シクロヘプテン等のスチリル系化合物、ベンジジン系化合物、トリアリールメタン系化合物、トリフェニルアミンあるいは、これ等の化合物からなる基を主鎖または側鎖に有するポリマー（例えばポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリビニルアントラセン等）が挙げられる。

20

【0021】

これ等の有機電荷輸送物質の他にセレン、セレン-テルル、アモルファスシリコン、硫化カドミウム等の無機材料も用いることができる。また、これ等の電荷輸送物質は1種または2種以上組み合わせる用いることができる。

30

【0022】

電荷輸送物質が成膜性を有していないときは適当なバインダーを用いることができ、具体的にはアクリル樹脂、ポリアリレート、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリスチレン、アクリロニトリル-スチレンコポリマー、ポリアクリルアミド、ポリアミド、塩素化ゴム等の絶縁性樹脂あるいはポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリビニルアントラセン等の有機光導電性ポリマー等が挙げられる。

【0023】

感光層が形成される導電性支持体としては、例えばアルミニウム、アルミニウム合金、銅、亜鉛、ステンレス、バナジウム、モリブデン、クロム、チタン、ニッケル、インジウム、金や白金、更にこれ等金属あるいは合金を陽極酸化や化成処理によって表面処理を施したもの等が用いられる。

40

【0024】

また、上記金属あるいは合金を真空蒸着法によって被膜形成したプラスチック（例えばポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル、ポリエチレンテレフタレート、アクリル樹脂等）や導電性粒子（例えばカーボンブラック、銀粒子等）を適当なバインダー樹脂と共にプラスチックまたは金属基板上に被覆した支持体あるいは導電性粒子をプラスチックや紙に含浸した支持体等を用いることができる。

50

【0025】

導電性支持体と感光層の中間にバリヤー機能と接着機能を持つ下引き層を設けることもできる。下引き層の膜厚は5 μm 以下、好ましくは0.1 ~ 3 μm が適当である。下引き層はカゼイン、ポリビニルアルコール、ニトロセルロース、ポリアミド（ナイロン6、ナイロン66、ナイロン610、共重合ナイロン、アルコキシメチル化ナイロン等）、ポリウレタン、酸化アルミニウム等によって形成することができる。

【0026】

本発明の別の具体例として、一般式(1)または一般式(1)'で示されるテトラアザポルフィリン化合物と電荷輸送物質を同一層に含有させた電子写真感光体を挙げることができる。この例の電子写真感光体は、前記テトラアザポルフィリン化合物と電荷輸送物質を適当な樹脂溶液中に分散させた液を導電性支持体上に塗布乾燥して作成することができる。

10

【0027】

いずれの電子写真感光体においても、用いる一般式(1)または一般式(1)'で示されるテトラアザポルフィリン化合物の結晶形は非晶質であっても結晶質であってもよく、また、必要に応じて該テトラアザポルフィリン化合物を2種類以上組み合わせたり、公知の電荷発生物質、例えばフタロシアニン系顔料、アゾ系顔料、ペリレン系顔料等と組み合わせ用いることも可能である。

【0028】

本発明の電子写真感光体は電子写真複写機に利用するのみならず、レーザービームプリンター、CRTプリンター、LEDプリンター、液晶プリンター、レーザー製版、ファクシミリ等の電子写真応用分野にも広く用いることができる。

20

【0029】

次に、本発明のプロセスカートリッジ並びに電子写真装置について説明する。図1に本発明の電子写真感光体を有するプロセスカートリッジを有する電子写真装置の概略構成を示す。図において、1はドラム状の本発明の電子写真感光体であり、軸2を中心に矢印方向に所定の周速度で回転駆動される。感光体1は回転過程において、一次帯電手段3によりその周面に正または負の所定電位の均一帯電を受け、次いで、スリット露光やレーザービーム走査露光等の像露光手段（不図示）からの画像露光光4を受ける。こうして感光体1の周面に静電潜像が順次形成されていく。

30

【0030】

形成された静電潜像は、次いで現像手段5によりトナー現像され、現像されたトナー現像像は、不図示の給紙部から感光体1と転写手段6との間に感光体1の回転と同期取りされて給送された転写材7に、転写手段6により順次転写されていく。像転写を受けた転写材7は感光体面から分離されて像定着手段8へ導入されて像定着を受けることにより複写物（コピー）として装置外へプリントアウトされる。像転写後の感光体1の表面は、クリーニング手段9によって転写残りトナーの除去を受けて清浄面化され、更に前露光手段（不図示）からの前露光光10により除電処理がされた後、繰り返し画像形成に使用される。なお、一次帯電手段3が帯電ローラー等を用いた接触帯電手段である場合は、前露光は必ずしも必要ではない。

40

【0031】

本発明においては、上述の感光体1、一次帯電手段3、現像手段5及びクリーニング手段9等の構成要素のうち、複数のものをプロセスカートリッジとして一体に結合して構成し、このプロセスカートリッジを複写機やレーザービームプリンター等の電子写真装置本体に対して着脱可能に構成してもよい。例えば一次帯電手段3、現像手段5及びクリーニング手段9の少なくとも1つを感光体1と共に一体に支持してカートリッジ化し、装置本体のレール12等の案内手段を用いて装置本体に着脱可能なプロセスカートリッジ11とすることができる。また、画像露光光4は、電子写真装置が複写機やプリンターである場合には、原稿からの反射光や透過光を用いる、あるいは、センサーで原稿を読み取り、信号化し、この信号に従って行われるレーザービームの走査、LEDアレイの駆動及び液晶

50

シャッターアレイの駆動等により照射される光である。

【 0 0 3 2 】

【実施例】

合成例、実施例によって本発明を更に詳細に説明するが、これにより本発明が実施例に限定されるものではない。なお、例中における「部」は「重量部」を示し、吸収ピークは溶媒に - クロロナフタレンを用いて測定した吸収波長ピークを示す。

【 0 0 3 3 】

合成例 1 (例示化合物 1 ~ 4 の合成)

Mg の粉末 0 . 3 部をヘキサノール 1 2 0 部中に加熱しながら完全に溶解後、1 , 2 - ジシアノ - 3 , 3 - ジメチル - 1 - ブテン 7 部を加え、3 時間還流した。反応溶媒を留去後、残渣に重曹水を加え、クロロホルムで抽出、抽出層を硫酸マグネシウムで乾燥後、溶媒を留去し、アルミナカラム (溶媒 : クロロホルム ~ クロロホルム / メタノール = 2 0 / 1) にて精製し、例示化合物 1 を 0 . 3 4 部、例示化合物 2 と例示化合物 3 の混合物を 0 . 8 6 部、例示化合物 4 を 0 . 1 部それぞれ得た。下記にそれぞれの元素分析値と吸収ピーク波長の値を示す。

【 0 0 3 4 】

元素分析	例示化合物 1	例示化合物 2、3	例示化合物 4	計算値
C	6 0 . 1 3	5 8 . 5 4	5 8 . 8 5	5 9 . 9 6
H	6 . 4 8	5 . 5 5	5 . 9 7	5 . 5 9
N	3 0 . 7 9	3 1 . 1 1	3 0 . 7 3	3 1 . 0 8

ピーク波長

例示化合物 1 : 7 3 1 n m

例示化合物 2、3 : 7 5 9 , 7 3 0 n m

例示化合物 4 : 7 9 7 , 6 5 8 n m

【 0 0 3 5 】

合成例 2 (例示化合物 5 の合成)

合成例 1 で得た例示化合物 1 を 1 部を酢酸 1 0 0 部と共に 3 0 で 3 0 分間攪拌後、ろ取、水洗、乾燥し、シリカゲルカラム (溶媒 : クロロホルム / メタノール = 1 0 0 / 1) にて精製し、7 7 6 n m に吸収ピークを有する例示化合物 5 を 0 . 7 5 部得た。下記に元素分析値を示す。

【 0 0 3 6 】

元素分析	例示化合物 5	計算値
C	6 1 . 6 5	6 1 . 8 7
H	6 . 2 2	6 . 0 6
N	3 1 . 8 7	3 2 . 0 7

【 0 0 3 7 】

合成例 3 (例示化合物 6、7 混合物の合成)

合成例 1 で得た例示化合物 2 と例示化合物 3 の混合物 3 2 部を酢酸 3 0 0 0 部と共に 3 0 で 1 時間攪拌後、ろ取、水洗、乾燥し、シリカゲルカラム (溶媒 : クロロホルム / メタノール = 3 0 / 1) にて精製し、7 7 0 n m と 7 4 9 n m に吸収ピークを有する例示化合物 6 と例示化合物 7 の混合物を 1 8 部得た。下記に元素分析値を示す。

【 0 0 3 8 】

元素分析	例示化合物 6、7	計算値
C	6 0 . 6 6	6 1 . 8 7
H	6 . 4 3	6 . 0 6
N	3 2 . 0 7	3 2 . 0 7

【 0 0 3 9 】

合成例 4 (例示化合物 8 の合成)

合成例 1 で得た例示化合物 4 を 9 部を酢酸 9 0 0 部と共に 1 0 0 で 2 時間攪拌後、ろ取、水洗、乾燥し、シリカゲルカラム (溶媒 : クロロホルム / メタノール = 3 0 / 1) に

10

20

30

40

50

て精製し、821nmに吸収ピークを有する例示化合物8を48部得た。下記に元素分析値を示す。

【0040】

元素分析	例示化合物8	計算値
C	60.74	61.87
H	6.10	6.06
N	31.55	32.07

【0041】

合成例5（例示化合物9～11の合成）

塩化第一銅2部、1,2-ジシアノ-3,3-ジメチル-1-ブテン7部、尿素9.6部を混合し、100で1.5時間処理した後、180で5時間反応させ、冷却後、水1000部を投入し、1時間攪拌した。析出物をろ取、乾燥後、アルミナカラム（溶媒：クロロホルム/メタノール=100/1）にて精製し、例示化合物9を0.24部、例示化合物10と例示化合物11の混合物を0.8部得た。下記にそれぞれの元素分析値と吸収ピーク波長の値を示す。

【0042】

元素分析	例示化合物9	例示化合物10、11	計算値
C	57.17	56.22	56.87
H	5.75	5.42	5.30
N	29.18	29.79	29.47

ピーク波長

例示化合物9：730nm

例示化合物10、11：761, 738nm

【0043】

実施例1、7及び8

アルミ支持体上にメトキシメチル化ナイロン（数平均分子量32,000）5部とアルコール可溶性共重合ナイロン（数平均分子量29,000）10部をメタノール95部に溶解した液をマイヤーバーで塗布し、乾燥後の膜厚1μmの下引き層を形成した。

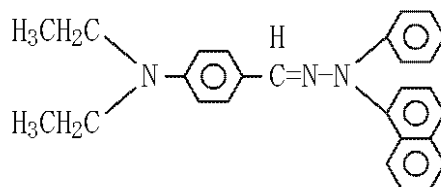
【0044】

次に、前記例示化合物8を4部をシクロヘキサノン94部にブチラル樹脂（ブチラル化度63モル%）2部を溶かした液に加え、サンドミルで2時間分散した後、酢酸エチル100部で希釈し分散液とした。この分散液を下引き層上に乾燥後の膜厚が0.2μmとなるようにマイヤーバーで塗布し、電荷発生層を形成した。

【0045】

次いで、下記構造式を有するヒドラゾン化合物5部

【化6】



とポリメチルメタクリレート（数平均分子量100000）5部をクロロベンゼン40部に溶解し、この液を電荷発生層上に乾燥後の膜厚が22μmとなるようにマイヤーバーで塗布し、電荷輸送層を形成し、電子写真感光体を作成した。感光体1とする。

【0046】

例示化合物8に代え他の例示化合物を用いた他は、実施例1と同様にして実施例7及び8に対応する電子写真感光体を作成した。感光体7及び8とする。

【0047】

感光体1、7及び8のそれぞれを川口電機（株）製静電複写紙試験装置（SP-428

10

20

30

40

50

)を用いて - 5 K V のコロナ放電で負に帯電し、1 秒間暗所に放置した後、ハロゲンランプを用いて照度 1 0 ルックスの光で露光し、帯電特性を評価した。帯電特性としては表面電位 V_0 と暗所放置後の表面電位が 1 / 2 に減衰するのに必要な露光量 $E_{1/2}$ を測定した。結果を表 9 に示す。

【 0 0 4 8 】

【表 5】

表 5

実施例	感光体	例示化合物	V_0 (-V)	$E_{1/2}$ (ルックス・秒)
1	1	8	720	2.70
7	7	37	720	2.52
8	8	40	720	1.59

10

【 0 0 4 9 】

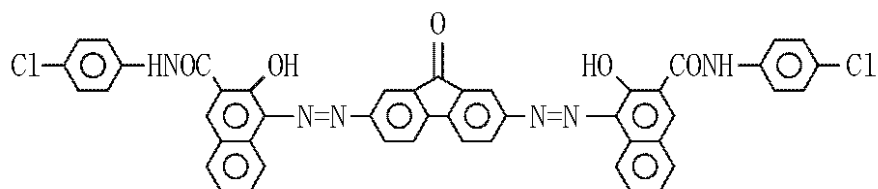
比較例 1 および 2

実施例 1 で用いた例示化合物 8 に代えて下記構造式を有する比較顔料 1 及び比較顔料 2 を用いた他は、実施例 1 と全く同様にして比較例 1 及び 2 に対応する電子写真感光体を作成した。感光体 9 及び 1 0 とする。それぞれの感光体について実施例 1 と同様にして帯電特性を評価した。結果を表 1 0 に示す。

20

比較顔料 1

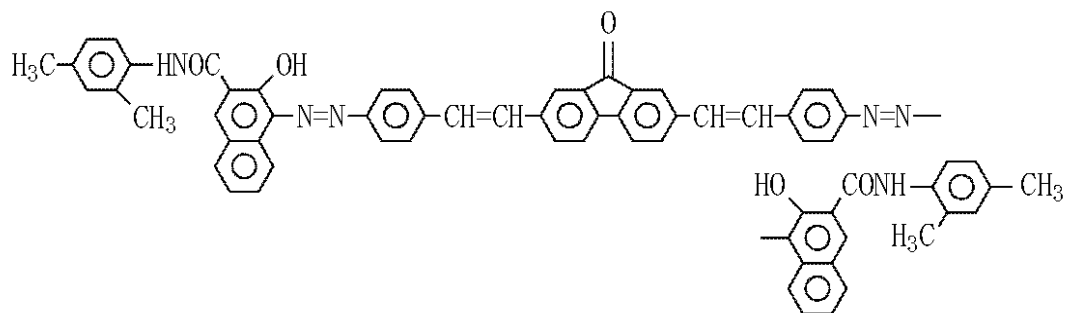
【化 7】



30

比較顔料 2

【化 8】



40

【 0 0 5 0 】

【表 6】

表 6

比較例	感光体	比較顔料	V_o (-V)	$E_{1/2}$ (ルクス・秒)
1	9	1	650	3.35
2	10	2	570	7.10

【 0 0 5 1 】

これ等の結果から、本発明の電子写真感光体はいずれも十分な帯電能と優れた感度を有していることが知られる。 10

【 0 0 5 2 】

実施例 9 及び 1 3

感光体 1 を - 7 . 0 K V のコロナ帯電器、露光光学系、現像器、転写帯電器、除電露光光学系及びクリーナーを備えた電子写真複写機のシリンダーに貼りつけた。初期の暗部電位 V_D と明部電位 V_L をそれぞれ - 7 0 0 V、- 2 0 0 V 付近に設定し、5 0 0 0 回繰り返し使用した際の暗部電位の変動量 ΔV_D と明部電位の変動量 ΔV_L を測定した。なお、電位の変動量における負記号は電位の絶対値の低下を表し、正記号は電位の絶対値の増加を表す。結果を表 1 1 に示す。感光体 7 についても同様の評価を行った。結果を表 1 1 に示す。 20

【 0 0 5 3 】

【表 7】

表 7

実施例	感光体	ΔV_d (V)	ΔV_l (V)
9	1	+5	+5
13	7	-10	+5

【 0 0 5 4 】

比較例 3 及び 4

感光体 9 及び 1 0 についても、実施例 9 と同様の方法により繰り返し使用時の電位変動量を測定した。結果を表 1 2 に示す。

【 0 0 5 5 】

【表 8】

表 8

比較例	感光体	ΔV_d (V)	ΔV_l (V)
3	9	-45	+45
4	10	-80	+45

【 0 0 5 6 】

実施例 9 及び 1 3 及び比較例 3、4 の結果から、本発明の電子写真感光体は繰り返し使用時の電位の変動が少ないことがいられる。

【 0 0 5 7 】

実施例 1 4

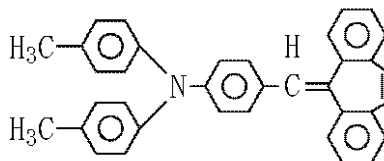
アルミ蒸着ポリエチレンテレフタレートフィルムのアルミ面に 0 . 5 μm の膜厚を有す 50

るポリビニルアルコールの下引き層を形成した。この上に実施例 3 におけると同じ例示化合物 25 の分散液をマイヤーバーで塗布乾燥して、膜厚 0.30 μm の電荷発生層を形成した。

【0058】

次いで、下記構造式を有するスチリル化合物 5 部、

【化 9】



10

とポリカーボネート（重量平均分子量 55000）5 部をテトラヒドロフラン 40 部に溶解し、この液を電荷発生層上に塗布乾燥して、膜厚が 18 μm の電荷輸送層を形成し、電子写真感光体を作成した。この電子写真感光体の帯電特性と耐久特性を実施例 1 及び実施例 9 と同じ方法によって測定した。結果を示す。

V_O : -710 V、 $E_{1/2}$: 1.4 ルックス・秒

V_D : 0 V、 V_L : -10 V

【0059】

実施例 17

アルミ支持体上にメトキシメチル化ナイロン（数平均分子量 32,000）5 部とアルコール可溶性共重合ナイロン（数平均分子量 29,000）10 部をメタノール 95 部に溶解した液をマイヤーバーで塗布し、乾燥後の膜厚 1 μm の下引き層を形成した。

【0060】

次に、合成例 5 で得た例示化合物 10 と 11 の混合物 0.4 部を酢酸ブチル 9.4 部にブチラル樹脂（ブチラル化度 63 モル%）0.2 部を溶かした液に加え、サンドミルで 2 時間分散した後、酢酸エチル 10 部で希釈し分散液とした。この分散液を下引き層上に乾燥後の膜厚が 0.5 μm となるようにマイヤーバーで塗布し、電荷発生層を形成した。

【0061】

電荷発生層の上に 2,4,7-トリニトロ-9-フルオレン 5 部とポリ-4,4'-ジオキシジフェニル-2,2'-プロパンカーボネート（分子量 300000）5 部をテトラヒドロフラン 50 部に溶解した液をマイヤーバーで塗布乾燥して、膜厚 16 μm の電荷輸送層を形成して電子写真感光体を作成した。実施例 1 と同じ方法で帯電特性を評価した。但し帯電は正帯電とした。結果を示す。

V_O : +680 V、 $E_{1/2}$: 2.65 ルックス・秒

【0062】

実施例 18

例示化合物 5 の 0.5 部をテトラヒドロフラン 9.5 部とペイントシェイカーで 1 時間分散した。ここへ実施例 1 で用いたと同じ電荷輸送物質 5 部とポリカーボネート 5 部をテトラヒドロフラン 40 部に溶かした液を加え、更に 1 時間振とうした。調製した塗布液をアルミ支持体上にマイヤーバーで塗布乾燥して膜厚 16 μm の感光層を形成して電子写真感光体を作成した。実施例 1 と同じ方法で帯電特性を評価した。但し帯電は正帯電とした。結果を示す。

V_O : +650 V、 $E_{1/2}$: 2.24 ルックス・秒

【0063】

【発明の効果】

本発明の電子写真感光体は、高感度特性と繰り返し使用時の安定した電位特性を有するという顕著な効果を奏する。また、プロセスカートリッジ及び電子写真装置に装着して同様に優れた効果を奏する。

50

【図面の簡単な説明】

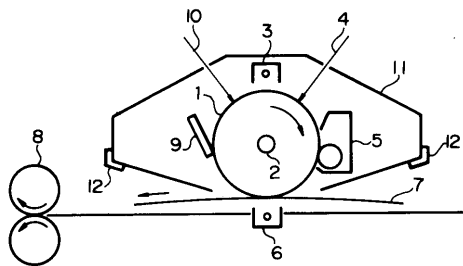
【図 1】 本発明の電子写真感光体を有するプロセスカートリッジを有する電子写真装置の概略構成を示す図。

【符号の説明】

- 1 本発明の電子写真感光体
- 2 軸
- 3 一次帯電手段
- 4 画像露光光
- 5 現像手段
- 6 転写手段
- 7 転写材
- 8 像定着手段
- 9 クリーニング手段
- 10 前露光光
- 11 プロセスカートリッジ
- 12 レール

10

【図 1】



フロントページの続き

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

G03G 5/06 370

CAPLUS(STN)

REGISTRY(STN)