

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 78100507.9

51 Int. Cl.²: G 03 G 5/05

22 Anmeldetag: 26.07.78

20 Priorität: 29.07.77 DE 2734288

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
07.02.79 Bulletin 79/3

84 Benannte Vertragsstaaten:
DE FR GB NL

71 Anmelder: HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT KALLE,
Patentabteilung Postfach 3540
D-6200 Wiesbaden 1. (DE)

72 Erfinder: Wiedemann, Wolfgang, Dr.
Pulignystrasse 14
D-6222 Geisenheim-Johannisberg. (DE)

54 Elektrophotographisches Aufzeichnungsmaterial.

57 Elektrophotographisches Aufzeichnungsmaterial aus einem elektrisch leitenden Schichtträger, gegebenenfalls einer isolierenden Zwischenschicht und einer photoleitfähigen Schicht aus mindestens einer Ladungsträger erzeugende und Ladungen transportierende Verbindungen, Bindemittel und übliche Zusätze enthaltenden Schicht, bei dem das Aufzeichnungsmaterial bei relativ dickem Schichtträger als Photoleiterband gearbeitet hafterflexibel ist und wiederholt über Rollen von wenigstens 12 mm Durchmesser geführt werden kann, ohne daß sich Haarrisse zeigen. Als Bindemittel enthält das Aufzeichnungsmaterial Cellulosenitrat mit einer Viskosität von 400 ± 25 cPoises bei Konzentrationen zwischen etwa 4 und 12 Prozent in 5 %igem, wäßrigem Aceton gemäß DIN 53 179 (Normtyp 4 - 12).

FIG.1

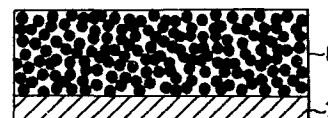


FIG.2

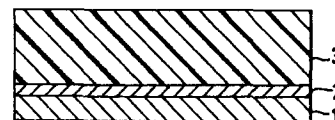


FIG.3

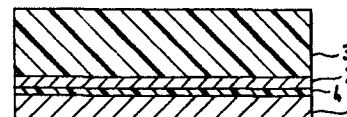


FIG.4



EP 0 000 582 A2

H O E C H S T A K T I E N G E S E L L S C H A F T
K A L L E Niederlassung der Hoechst AG

Hoe 77/K 046 (K 2565)

Wiesbaden-Biebrich 24. Juli 1978
WLK-Dr.S-ch

- 1 -

Elektrophotographisches Aufzeichnungsmaterial

- Die Erfindung bezieht sich auf elektrophotographisches Aufzeich-
5 nungsmaterial aus einem elektrisch leitenden Schichtträger, ge-
gebenenfalls einer isolierenden Zwischenschicht und einer photo-
leitfähigen Schicht aus mindestens einer Ladungsträger erzeugende
und Ladungen transportierende Verbindungen, Bindemittel und übliche
Zusätze enthaltenden Schicht, insbesondere ein Aufzeichnungs-
10 material mit Ladungsträger erzeugender Schicht und Ladungstrans-
portschicht. Photoleitfähige Schichten auf Basis von Mehrfach-
schichten sind z. B. aus den deutschen Offenlegungsschriften
21 08 935, 21 08 938, 21 08 944, 21 08 958, 21 08 968, 21 08 984
und 21 08 992 bekannt. Bei relativ guten elektrophotographischen
15 Eigenschaften sind jedoch die mechanischen Eigenschaften insofern
von Nachteil, da das eingesetzte und hauptsächlich beschriebene
Polyvinylcarbazol in Form einer Ladungstransportschicht wenig
flexibel ist und aufgrund seines großen Molekulargewichts und seiner
chemischen Natur nur wenig mit Bindemitteln und Harzen verträglich
20 oder mischbar ist. Außerdem ist die Haftung solcher Mehrfachschichten
auf dem elektrisch leitenden Schichtträger für praktische Zwecke
ungenügend. Die Anwendung dieser Materialien beschränkt sich deshalb
auf mechanisch wenig belastbare Photoleiteranordnungen.
- 25 In den deutschen Offenlegungsschriften 22 20 408,
23 14 051 und 23 53 639 sind gut haftende und auch
flexible photoleitfähige Schichten beschrieben, jedoch
genügen auch diese bei Einsatz in mechanisch stark
beanspruchten, selbsttragenden Aufzeichnungsmaterialien
30 wie z. B. Photoleiterbändern noch nicht höchsten An-

HOECHST AKTIENGESSELLSCHAFT
SALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 2 -

sprüchen. So treten bei wiederholter Führung des Aufzeichnungsmaterials über einen engen Walzendurchmesser feine Haarrisse an der Photoleiteroberfläche auf. Diese starke Biegebeanspruchung der Photoleiterschicht, welche
5 sich außerdem auf einem relativ dicken Träger befinden kann, verursacht eine allmähliche mechanische Zerstörung der photoleitfähigen Schicht.

Die beschriebenen photoleitfähigen Schichten weisen
10 außerdem eine höhere Restladung auf, wenn übliche Bindemittel wie z.B. gut lösliche Polyesterharze oder Copolymerisate aus Vinylchlorid/Vinylacetat etc. zugegen sind.

Es war deshalb Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein
15 elektrophotographisches Aufzeichnungsmaterial zu schaffen, das bei sehr guter Photoempfindlichkeit in seiner Flexibilität soweit modifiziert und verbessert ist, daß es auch auf relativ dickem Schichtträger, zum Beispiel als Photoleiter-Endlosband, bei großer mechanischer Bean-
20 spruchung sicher verwendet und beispielsweise über Rollen mit geringem Durchmesser geführt werden kann. Es war auch Aufgabe der Erfindung, ein Aufzeichnungsmaterial mit verbesserten Entladungseigenschaften, beispielsweise bei Blitzbelichtung, zu schaffen.

25

Die Lösung dieser Aufgabe geht von einem elektrophotographischen Aufzeichnungsmaterial aus einem elektrisch leitenden Schichtträger, gegebenenfalls einer isolierenden Zwischenschicht und einer photoleitfähigen Schicht
30 aus mindestens einer Ladungsträger erzeugende und Ladungen

HOECHST AKTIENGESellschaft
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 3 -

transportierende Verbindungen, Bindemittel und übliche
Zusätze enthaltenden Schicht aus und ist dadurch gekenn-
zeichnet, daß das Aufzeichnungsmaterial mit einem 75
bis 250 μ m dicken Schichtträger als Photoleiterband ge-
5 arbeitet so flexibel ist, daß es, wiederholt über Rollen
von wenigstens 12 mm Durchmesser geführt, nicht zu Haar-
rissen neigt und daß es als Bindemittel ein Cellulosenitrat
enthält, welches eine Viskosität von 400 ± 25 cPoisies bei
Konzentrationen zwischen etwa 4 und 12 Prozent in 5 %igem
10 wäßrigem Aceton gemäß DIN 53 179 (Normtyp 4 - 12), vorzugs-
weise zwischen etwa 4 und 9 Prozent (Normtyp 4 - 9) besitzt.

Hierdurch wird erreicht, daß elektrophotographisches
Aufzeichnungsmaterial zur Verfügung gestellt werden kann,
15 das im Vergleich zu Materialien mit den bisher bekannten
und üblichen Bindemitteln wesentlich verbesserte Photo-
empfindlichkeit und eine außergewöhnlich niedrige Rest-
ladung, sowohl bei kontinuierlicher Belichtung als auch
besonders bei Blitzbelichtung, aufweist, bei großer
20 Flexibilität.

Diese Eigenschaften gestatten den Einsatz der erfindungs-
gemäßen Materialien für mechanisch stark belastbare
Photoleiterbänder, welche in einem relativ schnellen
25 zyklischen Kopierprozeß, besonders unter Blitzbelichtung
laufen. Das wiederholte Führen über Rollen erfolgt im
Biegespannungsversuch und geschieht in der Regel 5000mal.

Die Anordnung einer einfachen photoleitfähigen Schicht
30 hat den Vorteil der einfacheren Herstellungsweise für

H O E C H S T A K T I E N G E S E L L S C H A F T
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 4 -

- sich (Fig. 1). Die Anordnung in getrennter Ladungsträger erzeugender Schicht und Ladungstransportschicht hat dagegen die kompakte Anordnung der Partikeln und die optimale Ladungsträgererzeugungsrate zum Vorteil (Fig. 2-4). Weniger
- 5 thermisch stabile Farbstoffe, die zum Beispiel nicht im Vakuumverfahren auf den elektrisch leitenden Schichtträger aufgedampft werden können, sind gemäß den Anordnungen in Fig. 1 und 4 einsetzbar.
- 10 Bei der Entwicklung von photoleitfähigen Schichten ist bisher die explizite Anwendung von Cellulosenitrat in den verschiedenen Photoleiter-Zusammensetzungen nicht bekannt geworden. In allgemeinen Beschreibungen von Photoleiterschichten, etwa bei der Aufzählung in Frage
- 15 kommender Bindemittel, werden Celluloseester und -äther oftmals erwähnt (DE-AS 12 46 407). Die außergewöhnliche Sonderstellung in Hinsicht auf Flexibilitäts- und Photoempfindlichkeits-Eigenschaften ist völlig überraschend.
- 20 Aus den deutschen Offenlegungsschriften 24 52 622 und 24 52 623 ist bekannt, neben anderen Bindemitteln, auch Cellulosenitrate in Schutzschichten über Photoleiterschichten, wie sie zum Beispiel aus der DE-AS 15 72 347 bekannt sind, einzusetzen. Diesen Schutzschichten können
- 25 einmal leitfähigkeitserhöhende Substanzen in einem Widerstandsbereich der Schicht zwischen $10^7 - 10^9 \Omega$ und zum anderen photoleitfähige organische Substanzen zugegeben sein. Im Hinblick auf die angeführte relativ große elektrische Leitfähigkeit und im Hinblick auf das Mischungsverhältnis mit bis zu 30 Gewichtsprozent Photoleiter
- 30

sind diese Zusammensetzungen jedoch nicht für das erfindungsgemäße Aufzeichnungsmaterial geeignet, da sie sich wegen einer zu großen Dunkelleitfähigkeit nicht oder nur sehr schlecht aufladen lassen.

5

Der Aufbau des erfindungsgemäßen Aufzeichnungsmaterials wird anhand der beigefügten Figuren schematisch in vier Varianten näher erläutert. Mit Ziffer 1 ist jeweils der elektrisch leitende Schichtträger angedeutet, Ziffer 2

10 zeigt die Ladungsträger erzeugende Schicht, mit Ziffer 3 ist die Ladungstransportschicht angegeben und Ziffer 4 weist auf die haftverbessernde Zwischenschicht hin.

Unter Ziffer 5 sind Schichten erkenntlich, welche eine Ladungsträger erzeugende Schicht in Dispersion darstellen.

15 Mit Ziffer 6 wird eine photoleitfähige Schicht aus Photoleiter als Ladungen transportierende Verbindung, Farbstoff als Ladungsträger erzeugende Verbindung und Bindemittel usw. wiedergegeben.

20 Als elektrisch leitender Schichtträger kommt bevorzugt Aluminiumfolie, gegebenenfalls auch transparente, mit Aluminium bedampfte Polyesterfolie oder Aluminiumkaschierte Polyesterfolie mit einer Dicke bis zu 300 μ m zum Einsatz, jedoch kann auch jedes andere genügend

25 leitend gemachte Trägermaterial verwendet werden. Der Schichtträger kann ein flexibles Endlosband, z. B. aus Nickel oder Stahl usw., oder eine Platte sein. Erfindungsgemäß wird ein Schichtträger angewendet, welcher als Band gearbeitet quer zur Laufrichtung weitgehend steif und längs

30 zur Laufrichtung flexibel und maßstabil ist. Neben einem

H O E C H S T A K T I E N G E S E L L S C H A F T
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 6 -

Band aus Metall, das diese Bedingungen bereits bei Dicken von 100 - 120 μm sehr gut erfüllt, werden insbesondere Aluminium-bedampfte Polyesterfolien genügender Stärke, hauptsächlich im Bereich von 75 - 250 μm eingesetzt. Es
5 hat sich gezeigt, daß die größere Dicke dieses Schichtträgers für die Steifigkeit notwendig ist. Demzufolge wird auch eine entsprechend größere Flexibilität von der aufgetragenen Beschichtung gefordert. Durch Verschweißen lassen sich mit Bändern als Schichtträger
10 Schlaufen formen, die zum Einsatz in schnell laufenden Kopiergeräten nötig sind.

Die isolierende Zwischenschicht 4 kann aus organischem Material oder gegebenenfalls auch aus einer thermisch,
15 anodisch oder chemisch erzeugten Aluminiumoxid-Zwischenschicht bestehen, und hat neben der Haftvermittlung beispielsweise zum Ziel, durch ihre Anordnung die Ladungsträgerinjektion vom Schichtträger in die photoleitfähige Schicht im Dunkeln herabzusetzen. Andererseits hindert sie beim Belichtungsvorgang den Ladungsfluß nicht. Für die Zwischenschicht können Natur-
20 bzw. Kunstharzbindemittel verwendet werden, wie zum Beispiel Polyamidharze, Polyvinylphosphonsäure, Polyurethane oder Polyesterharze. Ihre Dicke kann bis zu
25 5 μm betragen, während Dicken von Aluminiumoxidschichten größtenteils im Bereich von 10^2 - 10^4 Å liegen.

Als Ladungsträger erzeugende Verbindungen werden solche anorganischen oder organischen Substanzen verwendet wie

sie auch bisher hierfür schon bekannt sind. Hierher gehören Farbstoffe oder amorphes Selen z. B. in Form von Aufdampfschichten. Die verwendeten Farbstoffe oder zuzumischenden anorganischen Stoffe wie z. B. Tellur
5 bestimmen in besonderem Maße die spektrale Lichtempfindlichkeit der photoleitfähigen Schicht.

Das Aufbringen einer homogenen, dicht gepackten Farbstoffschicht als Ladungsträger erzeugende Schicht ist
10 bekannt und wird durch Aufdampfen des Farbstoffs auf den Träger im Vakuum erhalten. Je nach Vakuumeinstellung lassen sich unter relativ günstigen Bedingungen (10^{-3} - 10^{-5} Torr, 250 - 400°C Heiztemperatur) die Farbstoffe ohne Zersetzung aufdampfen. Die Temperatur
15 des Trägers liegt dabei unter 50°C.

Man erhält Schichten mit dicht gepackten Farbstoffmolekülen, was den Vorteil mit sich bringt, daß eine optimale Ladungsträgererzeugungsrate in der Farbstoffschicht erhalten wird, wobei die hohe Extinktion der
20 Farbstoffe eine hohe Konzentration an angeregten Farbstoffmolekülen ermöglicht, und daß der Ladungstransport durch die dicht gepackte Farbstoffschicht wenig durch Bindemittel behindert werden kann.

25

Ein vorteilhafter Schichtdickenbereich des aufgedampften Farbstoffs liegt zwischen 0,005 und 2 μ m, besonders bevorzugt ist jedoch ein solcher zwischen 0,005 und 1 μ m, da hier Haftfestigkeit und Homogenität des
30 aufgedampften Farbstoffs besonders günstig sind.

H O E C H S T A K T I E N G E S E L L S C H A F T
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 8 -

Je nach Verwendungsart kann die Herstellung der Ladungsträger erzeugenden Schicht in gleichmäßiger Dicke auch durch andere Beschichtungstechniken erreicht werden, wie zum Beispiel durch mechanisches
5 Einreiben des feinst gepulverten Materials in den elektrisch leitenden Schichtträger, durch chemische Abscheidung etwa einer zu oxidierenden Leukobase, durch elektrolytische oder elektrochemische Prozesse oder auch durch Gun-Spray-Technik oder durch Aufbringen
10 aus einer Lösung und Trocknen derselben.

In Kombination der Farbstoffe mit Materialien für die isolierende Zwischenschicht oder als Ersatz einer Zwischenschicht sind homogene, gut abdeckende Farbstoffschichten
15 mit Dicken von größenordnungsmäßig 0,1 - 3 μ m Dicke durch Dispergieren der Farbstoffe auch in einem erfindungsgemäßen Bindemittel und durch Beschichten des elektrisch leitenden Schichtträgers möglich (Schicht 5 in Fig. 4). Besonders vorteilhaft ist dabei der Einsatz hoch-
20 viskoser Cellulosenitrate, weil beim Vermahlen eine sehr gute Verteilung der Pigmente (geringe Korngröße) bei der Beschichtung erreicht wird. Das Verhältnis Ladungsträger erzeugende Substanz zu Bindemittel kann dabei in weiten Grenzen schwanken. Bevorzugt sind Vorstriche mit Farbstoff-
25 anteil über 50 % und dementsprechend großer optischer Dichte. Hierdurch wird der Einsatz von Farbstoffen erreicht, die thermisch weniger stabil sind wie zum Beispiel Azo- oder Bisazofarbstoffe und gleichzeitig haftvermittelnde Wirkung hervorgerufen.

Als Ladungsträger erzeugende Substanzen können Farbstoffe unterschiedlichster Klassen eingesetzt werden. Beispielsweise sind hervorragend geeignet:

- 5 Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäureanhydrid bzw.
Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäureimide-derivate nach
DT-OS 22 37 539,
- 10 polynukleare Chinone nach DT-OS 22 37 678,
cis- bzw. trans-Perinone nach DT-OS 22 39 923,
Thioindigo-Farbstoffe nach DT-OS 22 37 680,
- 15 Chinacridone nach DT-OS 22 37 679,
- Kondensationsprodukte aus Benzo-4,10-thioxanthen-3,11'-
dicarbonsäureanhydrid und Aminen nach DT-OS 23 55 075,
- 20 Phthalocyanin-Derivate nach DT-OS 22 39 924
- und
- Farbstoffe, die durch Kondensation nach der Vorschrift
- 25 Bull. Chem. Soc. Japan 25, 411 - 413 / 1952 aus Perylen-
3,4,9,10-tetracarbonsäureanhydrid und o-Phenylendiamin
oder 1,8-Diaminonaphthalin hergestellt werden.

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT
PAILE Niederlassung der Hoechst AG

- 10 -

Wie erwähnt sind auch bekannte, dünne Ladungsträger erzeugende Schichten aus anorganischen Stoffen, wie sie durch Aufdampfen von Selen, dotiertem Selen, Cadmiumsulfid usw. hergestellt werden, geeignet.

5

In der photoleitfähigen Schicht, besonders in der Ladungstransportschicht, werden als Photoleiter Ladungen transportierende Verbindungen eingesetzt. Dies sind vor allem organische Verbindungen, die ein
10 ausgedehntes π -Elektronensystem besitzen. Hierzu gehören sowohl monomere wie polymere aromatische bzw. heterocyclische Verbindungen.

Als Monomere werden insbesondere solche eingesetzt,
15 die mindestens eine Dialkylaminogruppe oder zwei Alkoxygruppen aufweisen. Bewährt haben sich besonders heterocyclische Verbindungen wie Oxdiazol-Derivate gemäß DT-AS 10 58 836, wie 2,5-Bis-(4'-diäthylamino-phenyl)-oxdiazol-1,3,4. Weitere geeignete Monomere
20 sind zum Beispiel Triphenylaminderivate, höher kondensierte aromatische Verbindungen wie Pyren, benzokondensierte Heterocyclen, außerdem Pyrazolin- oder Imidazol-derivate nach DT-PS 10 60 714 und DT-PS 11 06 599; hierher gehören auch Triazol-, Thiadiazol- sowie
25 Oxazol-derivate, wie sie aus den deutschen Patentschriften 10 60 260, 12 99 296, 11 20 875 bekannt sind.

Als Polymere haben sich Formaldehyd-Kondensationsprodukte
30 mit verschiedenen Aromaten wie zum Beispiel Kondensate aus Formaldehyd und 3-Brompyren gemäß DT-OS 21 37 288 bewährt.

Die Ladungstransportschicht weist ohne die Ladungsträger erzeugende Schicht im sichtbaren Bereich von etwa 420 - 750 nm praktisch keine Photoempfindlichkeit auf. Sie besteht vorzugsweise aus einem Gemisch einer Elektronen-

5 donatorverbindung als Photoleiter mit einem Harzbindemittel, wenn das Aufzeichnungsmaterial negativ aufgeladen werden soll. Sie ist vorzugsweise transparent, was jedoch dann nicht notwendigerweise der Fall ist, wenn der elektrisch leitende Schichtträger transparent

10 ist.

Die Ladungstransportschicht besitzt einen hohen elektrischen Widerstand und verhindert im Dunkeln das Abfließen der elektrostatischen Aufladung. Bei Belichtung transportiert

15 sie die erzeugten Ladungen, wobei angenommen wird, daß erfindungsgemäß durch die erhöhte Polarität des Bindemittels (elektronenanziehende Nitrogruppen im Cellulosenitrat) der polare (geladene) angeregte Zustand des Donator-Moleküls erniedrigt und/oder der unpolare Grund-

20 zustand angehoben ist.

Neben den Ladungsträger erzeugenden sowie den Ladungen transportierenden Verbindungen beeinflusst das zugesetzte Bindemittel sowohl das mechanische Verhalten wie Abrieb,

25 Flexibilität, Filmbildung etc. als auch die elektrophotographischen Eigenschaften wie Photoempfindlichkeit, Restladung etc. Als Bindemittel wurden gemäß DT-OS 23 53 639 bisher filmbildende Verbindungen, wie Polyesterharze, Polyvinylchlorid/Polyvinylacetat-Mischpolymerisate, Styrol-

30 Maleinsäureanhydrid-Copolymerisate, Silikonharze,

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT
FALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 12 -

Reaktiv-Harze, DD-Lacke, Polycarbonate und Acrylate oder Methacrylate etc. eingesetzt.

Überraschend wurde gefunden, daß der Einsatz von
5 Cellulosenitrat^{en} statt der bisher eingesetzten Bindemittel eine wesentliche Erweiterung und Verbesserung zur Folge hat bezüglich der Elastizität und der Photoempfindlichkeit. Dadurch wird erreicht, daß Transport-
10 schichten mit hochviskosen Cellulosenitrat^{en} entsprechend den elektrophotographischen, insbesondere aber den mechanischen Erfordernissen einer Kopieranordnung, z. B. Bandlauf mit engem Walzendurchmesser, angepaßt werden können.

Die Viskosität wird in Ubbelohde Viskosimetern mit unterschiedlichen Kapillaren I - III bei 25°C und einer Fest-
15 mittelkonzentration von 10 % ermittelt (DIN 51 562). Danach liegt die Viskosität der Bindemittel-Ansätze in Tetrahydrofuran deutlich über 50 cSt.

20 Das Mischungsverhältnis der Ladungen transportierenden Verbindung zu dem Bindemittel kann variieren. Jedoch sind durch die Forderung nach maximaler Photoempfindlichkeit, d. h. möglichst großem Anteil an Ladungen transportierender Verbindung und nach zu vermeidender
25 Auskristallisation derselben sowie Erhöhung der Flexibilität, d. h. möglichst großem Anteil an Cellulosenitrat, relativ bestimmte Grenzen gesetzt.

Filme mit großem Anteil an Cellulosenitrat lassen sich außerdem auf leitfähigem Träger nur niedrig aufladen; durch den Zusatz ladungstransportierender Verbindungen läßt sich jedoch die Aufladung mit zunehmendem Gehalt sukzessiv verbessern und stabilisieren, d. h. die Dunkelentladung wird verringert.

Danach liegt der bevorzugte Gehalt an Cellulosenitrat zu Ladungen transportierender Verbindung im Bereich von 20 bis 60 Gewichtsteilen zu 40 bis 80 Gewichtsteilen. Ein zu großer Monomerenanteil beeinflusst die Flexibilität ungünstig, so daß bei besonders bevorzugten, flexiblen Ausführungsformen das Verhältnis Cellulosenitrat zu Ladungen transportierender Verbindung zwischen 30 bis 50 Gewichtsteilen auf 50 bis 70 Gewichtsteile liegt.

Bei Einsatz von polymeren Ladungstransportverbindungen liegen die Cellulosenitratanteile in dem angegebenen unteren Bereich.

Die Transportschichten mit Monomeren aus Ladungen transportierender Verbindung, wie 2,5-Bis-(4'-diäthylaminophenyl)-oxdiazol-1,3,4, sind nach Röntgen-Goniometer Messungen amorph.

Den jeweiligen Erfordernissen des erfindungsgemäßen Aufzeichnungsmaterials zur Verwendung in einem Kopiergerät kann durch unterschiedliche Einstellung der photoleitfähigen Schicht hinsichtlich der Viskosität

HOECHST AKTIENGESSELLSCHAFT
FALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 14 -

des Cellulosenitrats und hinsichtlich des Anteils der Ladungen transportierenden Verbindung in einem weiten Rahmen entsprochen werden.

- 5 Die Schichtdicke der photoleitfähigen Schicht liegt in einem Bereich, der einem Schichtgewicht von etwa 5 bis 50 g/m^2 entspricht. Im Falle der Ausbildung der photoleitfähigen Schicht als Ladungsträger erzeugende Schicht und Ladungstransportschicht sind Schichtdicken
10 im Bereich von $0,005$ bis $2 \text{ } \mu\text{m}$, vorzugsweise $0,005$ bis $1 \text{ } \mu\text{m}$ bzw. im Bereich von 2 bis $20 \text{ } \mu\text{m}$, vorzugsweise 3 bis $10 \text{ } \mu\text{m}$, geeignet. Falls die Ladungen erzeugende Schicht in Dispersion vorliegt, sind Schichtdicken im Bereich von $0,01$ bis $3 \text{ } \mu\text{m}$, vorzugsweise $0,1$ bis $1 \text{ } \mu\text{m}$,
15 geeignet.

- Es können jedoch, wenn es die mechanischen Erfordernisse sowie die elektrophotographischen Parameter, wie Aufladungs- und Entwicklungsstation, eines Kopiergeräts
20 zulassen, die angegebenen Grenzen nach oben oder unten fallweise erweitert werden.

- Als übliche Zusätze gelten erfindungsgemäß Verlaufmittel wie Silikonöle, Netzmittel, insbesondere nichtionogene
25 Substanzen, Weichmacher unterschiedlicher Zusammensetzung wie zum Beispiel auf Basis chlorierter Kohlenwasserstoffe oder auf Basis von Phthalsäureestern. Gegebenenfalls können der Ladungstransportschicht als Zusatz auch Sensibilisatoren und/oder Akzeptoren zuge-
30 fügt werden, jedoch nur in dem Maße, daß die optische

Transparenz der Ladungstransportschicht nicht wesentlich beeinträchtigt wird.

Die Erfindung wird anhand der Beispiele näher erläutert,
5 ohne sie hierauf zu beschränken.

Beispiel 1

Auf eine Aluminiumbedampfte Polyesterfolie von 75 μ m
Dicke wird der Pigmentfarbstoff N,N'-Dimethyl-perylen-
10 3,4,9,10-tetracarbonsäurediimid in einer Vakuumbedampfungs-
anlage bei 10^{-4} - 10^{-5} Torr innerhalb von 2 Minuten bei
ca. 280°C aufgedampft. Der Abstand Verdampferquelle -
Substrat liegt bei etwa 20 cm. Die homogen aufgedampfte
Farbstoffschicht besitzt ein Schichtgewicht im Bereich
15 von 100 - 200 mg/m², dabei wird der Träger vollständig
abgedeckt.

Auf diese Schicht wird jeweils eine Lösung aus gleichen
Gewichtsteilen 2,5-Bis-(4'-diäthylaminophenyl)-oxdiazol-
20 1,3,4 (Fp. 149 - 150°C (TO)) und eines Cellulosenitrat
in Tetrahydrofuran (THF) geschleudert. Die Cellulose-
nitrate sind Colloidiumwollen, die mit 35 Gewichtsteilen
n-Butanol oder Wasser phlegmatisiert sind. Die Deck-
schicht enthält bei der oben angegebenen Zusammensetzung
25 etwa 60 Gewichtsteile Photoleiter TO und 40 Gewichtsteile
Cellulosenitrat.

Nach Trocknung innerhalb von 5 Minuten bei 110°C liegt
die Schichtdicke bei ca. 10 μ m. Zum Einsatz kamen eine
30 hochviskose, esterlösliche und eine niedrigviskose,
alkohollösliche Colloidiumwolle.

HOECHST AKTIENGESSELLSCHAFT

FAKLE Niederlassung der Hoechst AG

- 16 -

In der folgenden Tabelle werden sie mit bekannten hochempfindlichen organischen Photoleiterschichten in ihrer Photoempfindlichkeit verglichen, wobei die vergleichbare Photoleiter-Doppelschicht-Anordnung eine ca. 150 mg/m^2 dicke Farbstoffauflage besitzt.

Die Messung der Photoempfindlichkeit wird wie folgt durchgeführt:

- 10 Zur Ermittlung der Hellentladungskurven bewegt sich die Meßprobe auf einem sich drehenden Teller durch eine Aufladevorrichtung hindurch zur Belichtungsstation, wo sie mit einer Xenonlampe XBO 150 der Firma Osram kontinuierlich belichtet wird. Ein Wärmeabsorptionsglas KG 3
- 15 der Firma Schott & Gen., Mainz, und ein Neutralfilter mit 15 % Transparenz sind der Lampe vorgeschaltet. Die Lichtintensität in der Meßebene liegt im Bereich von $70 - 170 \text{ } \mu\text{W/cm}^2$; sie wird unmittelbar nach Ermittlung der Hellabfallkurve mit einem Opto-Meter Model -80 X
- 20 (United Detector Technology Inc.) gemessen. Die Aufladungshöhe (U_0) und die photoinduzierte Hellabfallkurve werden über ein Elektrometer 610 CR der Fa. Keithley Instruments, USA, durch eine transparente Sonde oszillographisch aufgezeichnet. Die Photoleiter-
- 25 schicht wird durch die Aufladungshöhe (U_0) und diejenige Zeit ($T_{1/2}$) charakterisiert, nach der die Hälfte der Aufladung ($U_0/2$) erreicht ist. Das Produkt aus $T_{1/2}$ und der gemessenen Lichtintensität $I \text{ } [\mu\text{W/cm}^2]$ ist die Halbwertsenergie $E_{1/2} \text{ } [\mu\text{J/cm}^2]$.

H O E C H S T A K T I E N G E S E L L S C H A F T
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 17 -

Gemäß dieser Charakterisierungsmethode wird die Photoempfindlichkeit bestimmt zu:

	Ladungstransportschicht	Schichtdicke (μm)	Kurven gemäß Fig. 5	$1/E_{1/2}$ (V)	$1/E_{1/2}$ ($\mu\text{W}/\text{cm}^2$)
5	Polyvinylcarbazol/ 2,4,7-Trinitrofluoranthren (Molverhältnis 1 : 1)	12	3	750	4,5 - 5
10	Photoleiter-Doppelschicht: TO/PVC/PVAc-Copolymerisat Gewichtsverhältnis 50:50	9-10	2	850	3,8
	Gewichtsverhältnis 60:40	10		885	3,7
15	TO/Cellulosenitrat niederviskos Gewichtsverhältnis 60:40	10	1	810	2,1
	TO/Cellulosenitrat hochviskos Gewichtsverhältnis 60:40	9-10	4	805	3,2
20	Die Bestimmung der spektralen Lichtempfindlichkeit nach dieser Methode geschieht unter Vorschaltung von Filtern:				
25	Bei negativer Aufladung wird durch Belichtung die Halbwertszeit ($T_{1/2}$ in msec) für den jeweiligen Wellenlängenbereich bestimmt. Durch Auftragen der reziproken Werte des Produktes aus Halbwertszeit, $T_{1/2}$ in Sekunden und Lichtintensität I in $\mu\text{W}/\text{cm}^2$ gegen die Wellenlänge λ in nm erhält man die spektrale Lichtempfindlichkeit. Dabei bedeutet der reziproke Wert von $T_{1/2} \cdot I$ ($1/E_{1/2}$) die				
30	auf die Flächeneinheit bezogene Lichtenergie, die ein- strahlt werden muß, um die Schicht auf die Hälfte der Anfangsspannung U_0 zu entladen.				

H O E C H S T A K T I E N G E S E L L S C H A F T
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 18 -

In Fig. 5 sind die Kurven der spektralen Lichtempfindlichkeit für die in der Tabelle aufgeführten Photoleitorschichten dargestellt.

- 5 Auch hier zeigt sich die sehr gute Photoempfindlichkeit des erfindungsgemäßen Materials.

Beispiel 2

- 10 Auf Aluminium-bedampften Polyester von 75 μ m Dicke mit einer darauf aufgedampften Farbstoffschicht wie in Beispiel 1 angegeben, wird unter vergleichbaren Bedingungen in 8 - 10 μ m Dicke eine Serie von Transportschichten mit unterschiedlich viskosen Cellulosenitraten aufgebracht. Die Zusammensetzung der getrockneten Schichten
- 15 beträgt einheitlich 60 Teile TO und 40 Teile des jeweiligen Cellulosenitrats, das sich in seinem Viskositätsgrad unterscheidet und sich über einen Norm-Typ-Bereich von 15 bis 4 nach DIN 53 179 erstreckt.

- 20 In einem Kegeltestgerät¹⁾ werden diese Schichten auf ihre mechanischen Eigenschaften überprüft, wobei Haftung auf dem Schichtträger und Ausbildung von Haarrissen an der Oberfläche beurteilt werden. Während die Haftung bei allen Schichten einwandfrei ist, hängt die Aus-
- 25 bildung von Oberflächenrissen unterschiedlicher Länge stark von der Viskosität des eingesetzten Cellulosenitrats ab.

H O E C H S T A K T I E N G E S E L L S C H A F T
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 19 -

	Photoleiterschichten mit Collodiumwolle (Dynamit Nobel AG) Typ	Haarrißlänge (mm) Kegeltest	Viskositätsmessung nach Ubbelohde (5 Gew.-% in THF 25°C) nach DIN 5156
5	NP 180	19	27,2 cSt.
	HP 180	22	
	HP 350	10	97 cSt.
	HP 800	0	278 cSt.
10	HP 3000	0	645 cSt.
	HP 25000	0	111,5 cSt. ²⁾

- 1) Im Kegeltestgerät lassen sich graduelle Unterschiede im Flexibilitätsverhalten von photoleitfähigen Schichten erfassen. Dabei wird über einen an einem Stativ befestigten Metallkegel (3 mm vorderer, 30 mm hinterer Durchmesser, Gesamtlänge der Kegelachse 115 mm, horizontale Anordnung) eine 110 mm breite Photoleiterprobe mit der staubfreien Rückseite unter 0,5 kp Zugbelastung gezogen. Die maximale Länge der dabei entstandenen Haarrisse (z. B. 30 mm) gibt den engsten zu umschlingenden Durchmesser (z. B. 10 mm) an.

- 2) (2 Gew.-%)

H O E C H S T A K T I E N G E S E L L S C H A F T
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 20 -

Beispiel 3

Auf Polyesterfolie von 75, 125 und 190 μ m Dicke, durch
eine aufgedampfte Aluminiumschicht leitfähig gemacht,
5 wird gemäß Beispiel 1 eine Farbstoffschicht aufgebracht.
Darüber wird jeweils eine Ladungstransportschicht, die
aus 65 Gewichtsteilen TO und 35 Gewichtsteilen hoch-
viskosem Cellulosenitrat besteht, in einem Schichtdicken-
bereich von 7,0 - 9,5 g/m² Auflage unter gleichen Be-
10 dingungen einheitlich durch Beschichten und Trocknen
aufgebracht.

Das Material wird jeweils zu einer Schlaufe entweder
zusammengeklebt oder geschweißt und einem Biegespan-
15 nungsversuch ausgesetzt. Dabei wird über unterschiedlich
dicke Walzendurchmesser die flexible Schlaufe oftmals
geführt. Sie wird über eine Antriebsgummiwalze von ca.
80 mm $\emptyset$ sowie über eine auswechselbare Stahlwalze mit
dem Durchmesser 12, 18 oder 25 mm standardmäßig 5000 Mal,
20 mit einer konstanten Umdrehungsgeschwindigkeit laufen
gelassen. Mit abnehmendem Walzendurchmesser sowie mit
zunehmender Schichtträgerdicke wird die Photoleiter-
schicht einer vergrößerten Biegespannung
ausgesetzt, so daß unter dieser Beanspruchung vermehrt
25 Haarrisse an der Oberfläche auftreten können. Diese Haar-
rißausbildung wird vorteilhaft im Dunkeln unter Schräglicht
beobachtet.

Für die beschriebene Deckschichtzusammensetzung hat sich
30 gezeigt, daß sowohl bei 18 mm als auch 12 mm Walzendurch-

H O E C H S T A K T I E N G E S E L L S C H A F T
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 21 -

messer und den angegebenen Schichtträgerdicken überhaupt keine Haarrisse unter diesen starken Biegebeanspruchungen auftreten.

- 5 Dagegen tritt bei den bekannten Photoleiterschichten mit Polyesterharzen oder Vinylchlorid/Vinylacetat-Copolymerisaten als Bindemitteln eine deutliche Differenzierung sowohl hinsichtlich der Schichtträgerdicke als auch des Walzendurchmessers auf, was folgend beschrieben wird.

10

- Analog der in diesen Beispielen beschriebenen Herstellung wird eine Ladungstransportschichtzusammensetzung aus 50 Gewichtsteilen TO, 25 Gewichtsteilen Polyesterharz und 25 Gewichtsteilen Vinylchlorid/Vinylacetat-Copolymerisat in 9 - 10 g/m² Schichtdicke auf eine Farbstoffschicht gemäß Beispiel 1 aufgebracht und dem Biegespannungstest unterworfen. Danach treten bei 25 mm Walzendurchmesser und 5000 Umläufen in der photoleitfähigen Schicht auf Polyesterfolie von 75 µm Dicke überhaupt
15 keine, auf der mit 125 µm Dicke vereinzelt kurze Haarrisse und auf der 190 µm dicken Polyesterfolie sehr starke und lange Haarrisse auf. Außerdem treten bei einem Walzendurchmesser von 18 mm und bei einer Trägerdicke von 75 µm bereits vereinzelt Haarrisse auf.

25

Beispiel 4

- Wie in Beispiel 1 angegeben, werden folgende Farbstoffe sowie Selen auf Aluminium-bedampfte Polyesterfolie von 75 µm Dicke in einem Schichtdickenbereich von 100 -
20 200 mg/m² aufgebracht.

H O E C H S T A K T I E N G E S E L L S C H A F T
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 22 -

Zum Nachweis der verbesserten Photoleitereigenschaften in Gegenwart von Cellulosenitrat werden verschiedene viskose Typen zusammen mit TO eingesetzt und auf den gleichen Ladungsträgererzeugungsschichten mit Ladungstransportschichten mit bekannten Bindemitteln wie Polyesterharzen, Copolymerisate aus PVC/PVAc und TO verglichen.

Die Beschichtung sowie Trocknung (außer bei der Selen-
10 schicht, die während 3 Minuten bei 85°C getrocknet wurde) erfolgt unter vergleichbaren Bedingungen (s. Beispiel 1), die Dicke der Ladungstransportschicht beträgt 8 - 10 μm , das Gewichtsverhältnis TO/Bindemittel ist 1 : 1.

15 Ebenso gelten die Meßbedingungen von Beispiel 1, wobei die Lichtintensität (Xenon XBO 150) einer Meßreihe bei ca. 150 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$, einer anderen bei 80 - 85 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$ liegt und ein Aufladebereich von 600 - 700 V angestrebt wird. Als zusätzliches Kriterium für die Photoempfindlichkeit
20 wird neben der Halbwertszeit die Restladung bestimmt, die sich nach 0,1 Sekunden einstellt.

In der folgenden Tabelle sind die Meßreihen zusammengestellt, wobei für die Deckschichten

25

1 = TO/Cellulosenitrat steigend zu höher viskosen Typen von a) nach c)

2 = TO/Vinylchlorid/Vinylacetat-Copolymerisat

3 = TO/Polyesterharz

30 gilt.

HOECHST AKTIENGESSELLSCHAFT
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 23 -

Tabelle 1

Farbstoffschicht	Transport- schicht	(-)U ₀ (V)	T _{1/2} (msec)	U _R n. 100 msec	Bemerkungen
N,N'-Dimethyl- perylimid (C.I. 71 130)	1 a 2 3	610 615 625	14 32 29	60 160 165	Lichtint. ca. 150 μ W/cm ²
Selen	1 a 2 3	650 640 700	20 28 27	95 190 180	niedriger getrock- net, ca. 3' bei 85°C
metallfreies Phthalocyanin (C. I. 74 100)	1 a 2 3	590 695 650	20 35 50	75 210 240	
Tetrachlorthio- indigo-Pigment (C.I. Pigment Rot 88)	1 a 2 3	655 630 650	34 44 44	140 200 195	
Dibrom-anthanthron (C.I. 59 300)	1 a 2 3	520 660 625	21 27 27	75 180 150	
Chinacridon (C.I. 46 '500)	1 b 2 3	620 605 620	72 95 164	235 295 405	Lichtint. 80 - 85 μ W/cm ²
Benzothioxanthen- Derivat	1 b 2 3	625 620 610	58 72 68	195 250 220	Kondensationsprodukt aus Benzo-4,10-thioxanthen- 3,1'-dicarbonsäureanhydrid und o-Phenylondiamin
trans Perinon (C.I. 71 105)	1 c 2 3	615 610 605	42 67 62	115 220 210	

H O E C H S T A K T I E N G E S E L L S C H A F T
K A L L E N i e d e r l a s s u n g d e r H o e c h s t A G

- 24 -

Beispiel 5

Ein gemäß DT-OS 21 37 288 hergestelltes Kondensation-
produkt aus 3-Brompyren und Formaldehyd hat sich als
polymere, Ladungen transportierende Verbindung gut be-
währt. In Kombination mit Cellulosenitrat kann im Ver-
gleich zu bekanntem Bindemittel wie Polyesterharz die
Empfindlichkeit deutlich verbessert werden.

Auf ein gemäß Beispiel 1 hergestelltes mit Farbstoff
beschichtetes Material wird eine Ladungstransportschicht
aus 80 Gewichtsteilen Brompyrenharz und 20 Gewichtsteilen
niedrig-viskosem Cellulosenitrat in 6 - 7 μ m Dicke,
aufgebracht. Vergleichsweise wird ein analoges Material
mit einer Ladungstransportschicht aus 80 Gewichtsteilen
Brompyrenharz und 20 Gewichtsteilen Polyesterharz in
6 - 7 μ m Dicke hergestellt.

Die Empfindlichkeitsmessung ergibt folgende Werte:

	(-) U_o (V)	$E_{1/2}$ (μ W/cm ²)
Brompyrenharz/Cellulosenitrat	- 480	3,6
Brompyrenharz/Polyesterharz	- 850	4,6

Beispiel 6.

Auf 100 μ m dicker Polyesterfolie (optische Qualität)
wird eine Ladungstransportschicht aus gleichen Gewichts-
teilen TO und jeweils hochviskosem und niedrigviskosem
Cellulosenitrat in einer Schichtdicke von 9 - 10 g/m²
aufgebracht.

H O E C H S T A K T I E N G E S E L L S C H A F T
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 25 -

Die Messung des Oberflächenwiderstandes mittels der Bedernzungenelektrode (VDE 0303, Teil 3/3.67) und ca. 100 V Meßspannung ergibt für diese Deckschichten Widerstandswerte von:

5

hochviskos	$5,6 \times 10^{12}$ Ohm
niedrigviskos	$3,0 \times 10^{12}$ Ohm

Beispiel 7

- 10 Zur Herstellung einer sehr flexiblen photoleitfähigen Schicht wird gemäß Beispiel 1 die Farbstoffschicht aufgedampft und darauf eine Ladungstransportschicht aus 65 Gewichtsteilen TO und 35 Gewichtsteilen hochviskosen Cellulosenitrat mit einer Schichtdicke von $8,1 \text{ g/cm}^2$
- 15 ($\approx 6,3 \text{ } \mu\text{m}$) geschichtet und getrocknet. Das Material wird auf seine Dunkelentladung und auf seine Blitlichtempfindlichkeit geprüft.

- Der Dunkelabfall einer Photoleiterprobe wird in einem
- 20 Dyntest-90-Gerät (Paper Analyzer) der Fa. ECE, Gießen, vermessen. Dazu wird die Meßprobe auf eine rotierende Scheibe ($n = 1390 \text{ U/min}$) geheftet, wo sie intermittierend aufgeladen wird. Nach Einstellung einer bestimmten Aufladung wird die Auflade-Corona abgeschaltet und die Dunkelentladung über 20 Sekunden gemessen.
- 25 Eine Meßsonde registriert die Aufladung (U_0) oder den Spannungsabfall (ΔU_D), der über einen Schreiber aufgezeichnet wird. Der Spannungsabfall im Dunkeln nach 2 Sekunden wird in dem interessierenden Aufladungsbereich
- 30 gemessen:

HOECHST AKTIENGESSELLSCHAFT
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 26 -

$$\begin{array}{ll} (-) U_0 = 550 \text{ V} & \Delta U_D \text{ ca. } 65 \text{ V} \\ (-) U_0 = 450 \text{ V} & \Delta U_D \text{ ca. } 30 \text{ V} \end{array}$$

- Das Entladungsverhalten bei Blitzbelichtung wird bestimmt,
5 indem man die Probe leitend auf einer Aluminiumplatte montiert, auflädt und in die Meßstation einführt. Hier wird die Photoleiterschicht mittels einer Xenon-Kurzbogenlampe (Blitzlampe Strobotac 1538-A, General Radio) durch eine transparente Ladungssonde hindurch belichtet.
10 Die mit der Ladungssonde gemessenen Ladungen werden verstärkt und mit einem Schreiber registriert.

- Wellenlänge und Lichtenergie können durch in den Strahlengang einführbare Interferenz- und Graufilter variiert
15 werden. Bei ausreichender Konstanz der Energie des Blitzgeräts wird die Lichtenergie nach Entfernen der Photoleiterprobe aus dem Strahlengang direkt bestimmt (UDT-80 X Optometer s. a. Beispiel 1).

- 20 Nach Erreichen einer konstant eingestellten Aufladung (Feldstärkebereich $10 - 10,7 \frac{\text{V}}{\mu\text{m}}$) wird die Probe einer definierten Blitzlichtenergie ausgesetzt (konst. Blitzdauer $3 \mu\text{s}$) und die Restladung nach 1 Sekunde bestimmt. Die Restladung U (V) ist in Abhängigkeit von der Blitzlichtenergie E ($\mu\text{J}/\text{cm}^2$) in Fig. 6
25 (Kurve 1) gezeichnet. Aus diesen Kurven läßt sich die Halbwertsenergie ($E_{1/2}$) ermitteln, bei der sich die Photoleiterschicht bis zur Hälfte der Anfangsa Aufladung entladen hat. Danach besitzt die erfindungsgemäße Probe
30 eine Halbwertsenergie $E_{1/2} = 1,7 \mu\text{J}/\text{cm}^2$ ($U = (-) 675 \text{ V}$; elektrische Feldstärke $10,7 \text{ V}/\mu\text{m}$).

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 27 -

Vergleichsweise wurde unter den gleichen Bedingungen ein photoleitfähiges System vermessen, dessen Ladungstransportschicht aus 50 Gewichtsteilen TO, 25 Gewichtsteilen Polyesterharz und 25 Gewichtsteilen Vinylchlorid/
5 Vinylacetat-Copolymerisat besteht und dessen Schichtdicke 7 - 9 μm beträgt. Bei einer elektrischen Feldstärke von 10,2 V/ μm beträgt die Halbwertsenergie $E_{1/2} = 4,1 \text{ } \mu\text{J}/\text{cm}^2$. Hieraus ist ersichtlich, daß die Photoempfindlichkeit der erfindungsgemäßen Anordnung
10 wesentlich verbessert werden konnte. Die Restladungskurve ist in Fig. 6 unter 2 aufgezeichnet.

Beispiel 8

In der folgenden Versuchsreihe wird die Abhängigkeit
15 der Dunkelentladung (U_0) von der Ladungen transportierenden Verbindung oder vom Gehalt an Cellulosenitrat in der Deckschicht dargestellt.

Auf ein wie in Beispiel 1 beschriebenes mit Farbstoff
20 beschichtetes Material werden Tetrahydrofuran-Lösungen mit unterschiedlichem Gehalt an TO in hochviskosem Cellulosenitrat geschleudert. Die resultierenden Schichtdicken entsprechen etwa 7 - 8 g/m².

25 Die Messung der Dunkelentladung erfolgt wie in Beispiel 7 beschrieben.

H O E C H S T A K T I E N G E S E L L S C H A F T
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 28 -

TO (Gew.-%)	(-) U_o (V)	U_D n. 2 Sekunden
28	410	145
40	420	145
5 60	410	45
65	420	50
78	405	10

10 Beispiel 9

In einer etwa 7 %igen Tetrahydrofuran-Lösung aus
44 Gewichtsteilen TO und 36 Gewichtsteilen phlegmati-
sierten Cellulosenitrats (Gewichtsverhältnis Cellu-
losenitrat/n-BuOH 65/35) sind in ca. 1 %iger (0,7 g)
15 oder 5 %iger Menge (bezogen auf Feststoffanteil) Farb-
stoff gemäß Beispiel 1 suspendiert.

Zur Dispersion in einer Kugelmühle (Perl Mill PM 1,
Draiswerke, Mannheim) wird der Ansatz zunächst auf eine
20 25 %ige Konzentration eingestellt und der Farbstoff
während 2 Stunden intensiv vermahlen. Anschließend wurde
diese Lösung auf oben angegebenen Streichansatz verdünnt
und die Farbstoff-Dispersionsschicht gemäß Anordnung in
Fig. 1 auf eine Aluminium-bedampfte 75 μ m dicke Poly-
25 esterfolie in ca. 7 g/m² Schichtdicke homogen geschichtet
und getrocknet.

Die Vermessung erfolgt analog dem in Beispiel 1 angegebenen
Meßverfahren (Lichtintensität ca. 90 μ W/cm², Xenon XBO 150):

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 29 -

	Farbstoff	Schichtgewicht g/m ²	U ₀ (V)	E _{1/2} (μJ/cm ²)
	1 %	6,8	(-) 425	11,5
5	5 %	7,1	(-) 525	9,4

Beispiel 10

Es wird ein Ansatz aus gleichen Gewichtsteilen phleg-
 10 matisierten hochviskosen Cellulosenitrats und einem
 Perinon-Farbstoff (Hostapermorange GR) in Tetrahydro-
 furan während 2 Stunden intensiv vermahlen. Nach Dis-
 pergieren wird die Lösung auf das Vierfache verdünnt
 und die ca. 1 %ige Beschichtungslösung auf Aluminium-
 15 bedampfte 75 μm dicke Polyesterfolie homogen geschichtet
 und getrocknet.

Die Schichtdicke dieses Pigmentvorstrichs entspricht
 nach Trocknung 255 mg/m² und 50 mg/m², die Zusammensetzung
 20 Pigment/Cellulosenitrat 60/40. Auf die unterschiedlich
 dicken Pigmentvorstriche wird einheitlich mit ca.
 8 g/m² Schichtgewicht eine Ladungstransportschicht
 aus 65 Gewichtsteilen TO und 35 Gewichtsteilen hoch-
 viskosem Cellulosenitrat aufgebracht und getrocknet.

25

Die Empfindlichkeit wird analog Beispiel 1 bestimmt
 (Lichtintensität ca. 85 μW/cm²; Xenon XBO 150).

30

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 30 -

Vorstrich mg/m ² Perinon	(-) U ₀ (V)	E _{1/2} (μJ/cm ²)
255	625	4,3
50	575	5,3

5

Beispiel 11

Ein Pigmentvorstrich aus 2 Gewichtsteilen eines polynuklearen Chinons (Hostapermscharlach GO) und einem
Gewichtsteil phlegmatisiertem hochviskosem Cellulose-
nitrat wird analog Beispiel 10 dispergiert und auf ent-
sprechendem Träger in unterschiedlicher Schichtdicke
vorbeschichtet. Darauf wird eine Schicht entsprechend
ca. 7 g/m² Schichtgewicht und in einer Zusammensetzung
von 70 Gewichtsteilen TO und 30 Gewichtsteilen niedrig-
viskosem Cellulosenitrat geschichtet.

Die Messung der Photoempfindlichkeit gemäß Beispiel 1
ergibt für die unterschiedlich dicken Pigmentvorstriche
folgende Werte (Lichtintensität: 80 μJ/cm²; Xenon XBO 150):

Vorstrich mg/m ² mit Chinon	(-) U ₀ (V)	E _{1/2} (μJ/cm ²)
540	575	4,4
160	650	6,9

25

Beispiel 12

Ein Kondensationsprodukt aus der Umsetzung Perylen-
3,4,9,10-tetracarbonsäureanhydrid und o-Phenylendiamin

30

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- 31 -

gemäß DT-OS 23 14 051 wird analog Beispiel 1 auf 190 μ m dicke Aluminium-bedampfte Polyesterfolie aufgedampft. Das Schichtgewicht der homogenen, blauvioletten Farbstoffschicht beträgt 195 mg/m².

5

Darauf werden Schichten aus 65 Gewichtsteilen TO und 35 Gewichtsteilen Cellulosenitrat (hochviskos) geschichtet. Eine zum Vergleich hergestellte Schicht mit einem Vinylchlorid/Vinylacetat-Copolymerisat (PVC/PVAc)

10 liefert ein relativ unempfindliches System auf der gleichen Farbstoffaufdampfschicht.

Die Vermessung der Photoempfindlichkeit erfolgt analog Beispiel 1 (Lichtintensität: 90 μ W/cm²; Xenon XBO 150):

15

Bindemittel	Schichtgewicht g/m ²	(-) U ₀ (V)	E _{1/2} (μ J/cm ²)
Cellulosenitrat	7 - 8	525	1,6
20 PVC/PVAc	9	500	3,5

25

30

H O E C H S T A K T I E N G E S E L L S C H A F T
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

Hoe 77/K 046 (K 2565)

- A 1 -

24. Juli 1978
WLK-Dr.S-cb

Patentansprüche

1. Elektrophotographisches Aufzeichnungsmaterial aus einem elektrisch leitenden Schichtträger, gegebenenfalls
5 einer isolierenden Zwischenschicht und einer photoleitfähigen Schicht aus mindestens einer Ladungsträger erzeugende und Ladungen transportierende Verbindungen, Bindemittel und übliche Zusätze enthaltenden Schicht, dadurch gekennzeichnet, daß das Aufzeichnungsmaterial
10 mit einem 75 bis 250 μ m dicken Schichtträger als Photoleiterband gearbeitet so flexibel ist, daß es, wiederholt über Rollen von wenigstens 12 mm Durchmesser geführt, nicht zu Haarrissen neigt und daß es als Bindemittel ein Cellulosenitrat enthält, welches eine Viskosität von
15 400 ± 25 cPoises bei Konzentrationen zwischen etwa 4 und 12 Prozent in 5 %igem, wäßrigem Aceton gemäß DIN 53 179 (Normtyp 4 - 12) besitzt.
2. Aufzeichnungsmaterial nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Cellulosenitrat eine Viskosität von
20 400 ± 25 cPoises bei Konzentrationen zwischen etwa 4 und 9 Prozent in 5 %igem, wäßrigem Aceton gemäß DIN 53 179 (Normtyp 4 - 9) besitzt.
- 25 3. Aufzeichnungsmaterial nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Verhältnis von Cellulosenitrat zu Ladungen transportierender Verbindung im Bereich zwischen 20 bis 60 Gewichtsteilen auf 40 bis 80 Gewichtsteile beträgt.

H O E C H S T A K T I E N G E S E L L S C H A F T
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- A 2 -

4. Aufzeichnungsmaterial nach Ansprüchen 1 bis 3, bestehend aus einem nach der Reihenfolge der Schichten 100 bis 250 μ m dicken elektrisch leitenden Schichtträger aus Aluminium bedampfter Polyesterfolie, einer Ladungen erzeugenden Farbstoffschicht von 0,005 - 2 μ m Dicke und einer 2 - 20 μ m dicken Ladungstransportschicht aus 40 bis 80 Gewichtsteilen einer monomeren organischen Ladungen transportierenden Verbindung und 20 bis 60 Gewichtsteilen Cellulosenitrat als Bindemittel.
- 10
5. Aufzeichnungsmaterial nach Anspruch 4, aus einem 100 bis 250 μ m dicken elektrisch leitenden Schichtträger aus Aluminium bedampfter Polyesterfolie, einer Ladungen erzeugenden Farbstoffschicht von 0,005 - 1 μ m Dicke und einer 3 bis 10 μ m dicken Ladungstransportschicht aus 50 bis 70 Gewichtsteilen einer monomeren organischen Ladungen transportierenden Verbindung und 30 bis 50 Gewichtsteilen Cellulosenitrat als Bindemittel.
- 15
6. Aufzeichnungsmaterial nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Ladungsträger erzeugende Schicht Cellulosenitrat enthält.
- 20
7. Aufzeichnungsmaterial nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die photoleitfähige Schicht als Ladungen transportierende Verbindung mindestens eine monomere bzw. polymere aromatische bzw. heterocyclische Verbindung enthält.
- 25
8. Aufzeichnungsmaterial nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die photoleitfähige Schicht eine monomere
- 30

H O E C H S T A K T I E N G E S E L L S C H A F T
KALLE Niederlassung der Hoechst AG

- A 3 -

heterocyclische Verbindung enthält, die durch mindestens eine Dialkylaminogruppe substituiert ist.

9. Aufzeichnungsmaterial nach Anspruch 7 und 8, dadurch
5 gekennzeichnet, daß die heterocyclische Verbindung ein Oxidiazol ist.

10. Aufzeichnungsmaterial nach Anspruch 9, dadurch gekenn-
zeichnet, daß die heterocyclische Verbindung 2,5-Bis-(4'-
10 diäthylaminophenyl)-oxidiazol-1,3,4 ist.

15

20

25

30

FIG.1



FIG.2

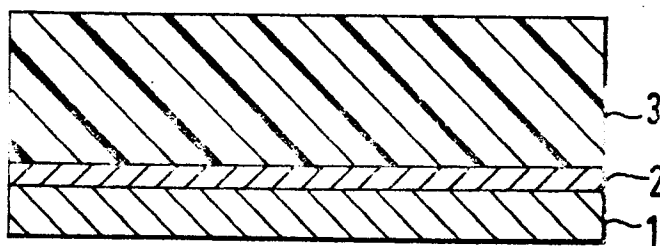


FIG.3

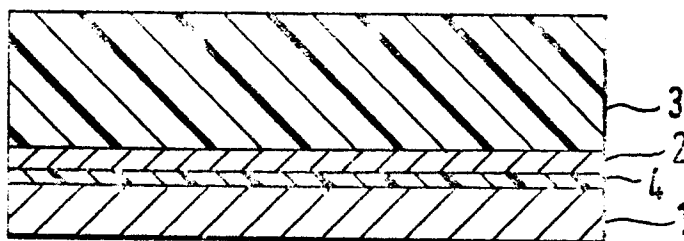


FIG.4

