

12 **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: **82104453.4**

51 Int. Cl.³: **G 03 G 5/14**

22 Anmeldetag: **21.05.82**

G 03 G 5/00, G 03 G 5/04
G 03 G 5/05, G 03 G 5/09

30 Priorität: **30.05.81 DE 3121563**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
08.12.82 Patentblatt 82/49

84 Benannte Vertragsstaaten:
DE FR GB NL

71 Anmelder: **HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT**
Postfach 80 03 20
D-6230 Frankfurt Main 80(DE)

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

54 **Elektrophotographisches Aufzeichnungsmaterial und Verfahren zu seiner Herstellung.**

57 Elektrophotographisches Aufzeichnungsmaterial aus einem elektrisch leitenden Schichtträger, gegebenenfalls einer isolierenden Zwischenschicht, einem photoleitfähigen System aus mindestens einer Schicht organischer Materialien mit Ladungsträger erzeugender Verbindung und Ladungen transportierender Verbindung und einer strahlungsgehärteten, transparenten Schutzschicht, wobei die mit Hilfe eines entfernbaren Zwischenträgers auf die Oberfläche des photoleitfähigen Systems aufgebrachte Schutzschicht aus acyliertem Bindemittel besteht, das durch Bestrahlung mit ultraviolettem Licht gehärtet ist und ein Verfahren zu seiner Herstellung.

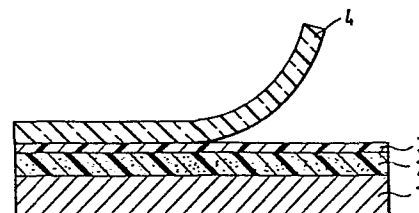


FIG.4

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 81/K 030

- 1 -

19. Mai 1982
WLK-Dr.S-cb

Elektrophotographisches Aufzeichnungsmaterial und Verfahren zu seiner Herstellung

- 5 Die Erfindung betrifft ein elektrophotographisches Aufzeichnungsmaterial aus einem elektrisch leitenden Schichtträger, gegebenenfalls einer isolierenden Zwischenschicht, einem photoleitfähigen System aus mindestens einer Schicht organischer Materialien mit
- 10 Ladungsträger erzeugender Verbindung und Ladungen transportierender Verbindung und einer strahlungsgehärteten transparenten Schutzschicht sowie ein Verfahren zu seiner Herstellung.
- 15 Bei dem aus der US-PS 2,297,691 bekannten und heute viel verwendeten elektrophotographischen Verfahren zur Herstellung von Kopien ist nach der Übertragung des auf der Photoleiterschicht trocken entwickelten Tonerbildes auf den Kopieträger stets eine gründliche Reinigung der Photo-
- 20 leiterschicht erforderlich. Das Reinigen geschieht in der Regel durch Abbürsten oder Abwischen der Photoleiterschicht mit dafür geeigneten Bürsten bzw. Geweben. Bei Kopiermaschinen, die mit Flüssigentwicklern arbeiten, wird die Wirkung der mechanischen Reinigung häufig durch
- 25 Mitverwendung einer Reinigungsflüssigkeit verstärkt. Die Reinigungsoperationen haben auf die Photoleiterschicht einen schädigenden Einfluß. Weitere schädigende Einwirkungen werden zum Beispiel durch den Trockenentwickler sowie durch die Entwicklerstation (Gegenspannung) und bei
- 30 der Flüssigentwicklung durch Einwirkung der Entwickler-

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

- 2 -

flüssigkeit hervorgerufen. Die Photoleiterschicht ist auch der in der Aufladestation erzeugten ionisierten Luft ausgesetzt. Es ist bekannt, daß die erforderlichen Reinigungsvorgänge und die anderen erwähnten Einflüsse zu
5 einer Beeinträchtigung oder sogar mechanischen Beschädigung der Photoleiterschicht führen und damit eine Verminderung ihrer Gebrauchsdauer zur Folge haben.

Es ist bekannt, Photoleiterschichten mit einer zusätzlichen Deckschicht zu schützen. Dies sind zum Beispiel
10 elektrophotographische Aufzeichnungsmaterialien (europäische Patentanmeldung Nr. 0 046 958), die auf elektrisch leitendem Träger eine Photoleiterschicht auf Basis organischer oder anorganischer Substanzen besitzen, über
15 welcher eine Schutzschicht aus strahlungsgehärtetem, vernetztem Polyester angeordnet ist. Nachteilig an diesen Aufzeichnungsmaterialien ist, daß sie zum Beispiel als Photoleiterschicht aus weniger flexiblen, Selenschichten oder Selen enthaltenden Schichten bestehen, bei denen
20 eine härtende Einwirkung durch UV-Bestrahlung sogar eine unerwünschte allmähliche Modifikationsänderung hervorrufen kann oder daß Photoleiterschichten angewendet werden, die generell weniger empfindliche Photoleitersysteme darstellen und durch die aufgebrachte Deckschicht in
25 ihrer Photoleitereigenschaft beeinträchtigt werden.

Aus der europäischen Patentanmeldung Nr. 0 046 959 ist weiterhin ein Aufzeichnungsmaterial bekannt, das eine Schutzschicht besitzt aus einem Oberflächen-abriebfesten
30 Bindemittel aus Polyurethanharz, Polycarbonatharz,

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

- 3 -

Phenoxyharz, Polyacrylat- oder -methacrylatharz oder den verschiedensten Polyisocyanat- und hydroxylgruppenhaltigen Acrylat- oder Epoxidharzen. Die eingesetzten Bindemittel sind sowohl nicht vernetzend, thermisch nachver-

5 netzend oder selbstvernetzend. Die Schutzschichten werden durch Beschichten, Tauchen oder auch durch gegebenenfalls elektrostatisches Sprühen mit nachfolgender Trocknung und gegebenenfalls Härtung auf die Photoleiterschicht aufgebracht. Hierzu werden Lösungsmittel benötigt, die einer-

10 seits die aufzubringenden Substanzen gut lösen, jedoch die Substanzen der jeweiligen Photoleiterschicht nicht angreifen bzw. anlösen.

Es hat sich jedoch gezeigt, daß je nach Auswahl der

15 Lösungsmittel, der Antragstechnik und der Schichtzusammensetzung die unter der Schutzschicht befindliche Photoleiterschicht unterschiedlich stark angelöst wird und dadurch nachteilig in ihrer Photoleitereigenschaft beein-

20 flußt werden kann.

Es war deshalb Aufgabe der Erfindung, ein elektrophotographisches Aufzeichnungsmaterial zur Verfügung zu stellen, bei dem die aus organischen Materialien bestehenden, vorzugsweise in Photoleiterdoppelschichtanordnung ange-

25 brachten hochlichtempfindlichen Photoleitersysteme mit einer sie vor mechanischen oder gegebenenfalls sonstigen nachteiligen Einflüssen schützenden transparenten Schutzschicht aus gegen sichtbares Licht transparenten Materialien versehen sind, die die Funktion der Photoleiter-

30 schicht nicht oder nur unwesentlich beeinträchtigt und

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 -

bei dem die Gebrauchsdauer erhöht werden kann. Es war auch Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zur Herstellung eines solchen Aufzeichnungsmaterials anzugeben.

- 5 Die gestellte Aufgabe wird durch ein elektrophotographisches Aufzeichnungsmaterial aus einem elektrisch leitenden Schichtträger, gegebenenfalls einer isolierenden Zwischenschicht, einem photoleitfähigen System aus
10 Ladungsträger erzeugender Verbindung und Ladungen transportierender Verbindung und einer strahlungsgehärteten, transparenten Schutzschicht gelöst, das dadurch gekennzeichnet ist, daß die mit Hilfe eines entfernbaren Zwischenträgers auf die Oberfläche des photoleitfähigen
15 Systems aufgebrachte Schutzschicht aus acryliertem Bindemittel besteht, das durch Bestrahlung mit ultraviolettem Licht gehärtet ist. Vorzugsweise enthält die Schutzschicht als acryliertes Bindemittel acryliertes Polyurethan, acrylierten Polyester oder acryliertes Epoxid-
20 harz. Ganz besonders bevorzugt ist acryliertes Polyurethan. Die Schutzschicht enthält weiterhin reaktiven Verdünner und Photoinitiator und ist 0,1 bis 10 µm dick.

- Das erfindungsgemäße Aufzeichnungsmaterial wird dadurch
25 hergestellt, daß man auf die Oberfläche des photoleitfähigen Systems eine auf einem Zwischenträger befindliche, aus acryliertem Bindemittel bestehende Schutzschicht aufbringt, die Schutzschicht durch Bestrahlen mit ultraviolettem Licht härtet und den Zwischenträger ent-
30 fernt. Das Aufbringen erfolgt vorzugsweise durch Lami-

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

- 5 -

nieren bei 40 - 80°C und unter Rollenandruck. Die Entfernung des Zwischenträgers kann im Anschluß an die UV-Be-
strahlung oder zu einem späteren Zeitpunkt, zum Beispiel
erst kurz vor Gebrauch des elektrophotographischen Auf-
5 zeichnungsmaterials erfolgen.

Hierdurch wird erreicht, daß elektrophotographisches Auf-
zeichnungsmaterial zur Verfügung gestellt werden kann,
bei dem bei nahezu gleichbleibender Photoempfindlichkeit
10 die Abriebfestigkeit und die Gebrauchsdauer deutlich ver-
bessert ist. Auch können die durch die Entwicklung mit
Flüssig- oder Trockentoner bedingten Oberflächenver-
filmungen deutlich reduziert werden. Durch die Erhöhung
der Abriebfestigkeit und damit der Gebrauchsdauer wird
15 weiterhin erreicht, daß Mehrfachsichtanordnungen von
photoleitfähigen Systemen nicht nur auf flexiblen leiten-
den Schichtträgern, sondern auch auf Trommeln rentabler
eingesetzt werden können.

20 Schematisch wird das erfindungsgemäße Aufzeichnungsmate-
rial und das Verfahren zur Herstellung desselben durch
die beigefügten Figuren 1 bis 5 wiedergegeben. So kann
das photoleitfähige System 2 auf dem Schichtträger 1
prinzipiell als Einzelschicht vorliegen, wie dies in
25 Figur 1b angedeutet ist. Mit Position 3 ist die erfin-
dungsgemäße Schutzschicht angezeigt, die sich auf dem
Zwischenträger 4 befindet (Fig. 1a). Figur 2 deutet den
Kaschiervorgang an, der zum Beispiel zwischen zwei Walzen
5 unter Zusammenführen des elektrophotographischen Auf-
30 zeichnungsmaterials 1, 2 und der auf dem Zwischenträger 4

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 -

befindlichen Schutzschicht 3 erfolgt. Figur 3 stellt die Bestrahlung 6 mit ultraviolettem Licht des mit Schutzschicht und Zwischenträger versehenen Materials dar. Durch Figur 4 wird das Entfernen des Zwischenträgers 4
5 von dem erfindungsgemäß hergestellten Aufzeichnungsmaterial wiedergegeben. Mit Figur 5 wird erfindungsgemäß hergestelltes elektrophotographisches Aufzeichnungsmaterial in Trommelform mit Zwischenträger dargestellt, das eine Lasche 7 zum Abziehen des Zwischenträgers 4
10 besitzt.

Als Oberflächen-abriebfestes, auch die Oberflächen-Verfilmung durch Toner verhinderndes härgbares acryliertes Bindemittel für die Schutzschicht 3 sind erfindungsgemäß
15 acrylierte Polymerisate, zum Beispiel derartig modifizierte Urethane, ferner acrylierte Polyester, Epoxide und Oligomere auf Ölbasis, geeignet. Die Acrylatfunktionalität begründet die günstige Reaktivität unter UV-Bestrahlung. Insbesondere zeichnen sich acrylierte Polyurethane
20 wegen ihrer hohen Abrieb- und Chemikalienbeständigkeit besonders aus. Weiterhin kommen UV-vernetzende organische Prepolymere, insbesondere Reaktivharze auf Basis eines acrylierten Polyurethans (zum Beispiel VPS 1748, Fa. Degussa), in Betracht. Weiter können Prepolymere, zum Bei-
25 spiel acrylierte Polyester oder Epoxide mit Isocyanaten als Reaktivharze eingesetzt werden.

Wegen ihrer hohen Viskosität sind diese Prepolymere für eine Verarbeitung zu dickflüssig. Durch Verwendung von
30 Lösungsmitteln, zum Beispiel Tetrahydrofuran, besonders

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

- 7 -

von reaktiven Verdünnern, können die Viskositätswerte deutlich erniedrigt werden, um Schutzschichten im Dickenbereich von 0,1 - 10 μm , vorzugsweise 0,1 bis 5 μm , zu erreichen.

- 5 Dabei kommen als zur Verdünnung günstige Monomere n- oder iso-Butylacrylat, 2-Ethylhexylacrylat, N-Vinylpyrrolidon, Isodecylacrylat, Phenoxyethylacrylat in Betracht. Bevorzugt werden Formulierungen mit Vernetzern wie 1,4-Butandiol-, 1,6-Hexandioldiacrylat oder besonders Trimethylolpropan- oder Pentaerythrit-tri(tetra)acrylat (TMPTA, bzw. PETA).
- 10

Zur Auslösung des Härtungsvorgangs im ultravioletten Licht dienen Photoinitiatoren wie Benzoinether-Derivate, Thioxanthone und ihre Derivate, ferner Benzophenone, zum Beispiel Michler's Keton und Acetophenon-Derivate. Als besonders vorteilhaft haben sich Benzildimethylketale, 2-Hydroxy-2-methyl-1-phenylpropan-1-on, substituiertes α -Halogenacetophenon erwiesen. Als Zusätze zu den UV-Härtern können tertiäre Alkanolamine verwendet werden. Sie verbessern die Beständigkeit der Photoinitiatoren gegen Sauerstoffeinwirkung.

15

20

Dadurch, daß die Bestrahlung mit ultraviolettem Licht erfindungsgemäß in Anwesenheit des transparenten Zwischenträgers erfolgt, wird der Sauerstoffzutritt wirkungsvoll verhindert. In Einzelfällen ist es auch möglich, die UV-Bestrahlung unter Stickstoff-Schutzgas vorzunehmen, um die Sauerstoffanwesenheit völlig auszuschalten.

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

- 8 -

Als Strahlungsquelle für den Härtungsvorgang durch UV-Be-
strahlung werden zum Beispiel Quecksilber-Hochdruck-
strahler eingesetzt. Solche mit einer elektrischen
Leistung von 100 W/cm Leuchtlänge haben sich besonders
5 bewährt.

Die beschriebenen härtbaren acrylierten Bindemittel für
die Schutzschicht 3 sind wegen ihrer homogenen Film-
bildung und Flexibilität, ihrem Abriebverhalten, ihrem
10 geringen Tonerverfilmungsverhalten und den Antragsmög-
lichkeiten hervorragend geeignet. Die Beeinflussung der
Photoempfindlichkeit des Aufzeichnungsmaterials ist ge-
ring.

15 Als Zwischenträger 4 sind alle für UV-Licht transparenten
Folien und Trägermaterialien, insbesondere Folien aus
Polyestern, Polyethylen oder Polypropylen geeignet. Die
Dicke des Zwischenträgers kann in weiten Grenzen schwan-
ken und ist nicht kritisch. Sie muß jedoch der Bedingung
20 genügen, daß der Zwischenträger sich gut und ohne Reißen
in einem Stück entfernen läßt, wie dies aus Figur 4 an-
deutungsweise hervorgeht. Dementsprechend werden Dicken
im Bereich von etwa 50 bis 100 µm bevorzugt.

25 Im Anschluß an den Kaschiervorgang erfolgt die Härtung
durch Bestrahlung mit ultravioletttem Licht. Sie kann vor-
teilhaft in einem kontinuierlichen Verfahren mit dem
Antrag der Schutzschicht kombiniert werden.

30 Eine bevorzugte Ausführungsform besteht darin, daß die
Schutzschicht durch Beschichten in bis ca. 5 µm Dicke auf

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

- 9 -

einen UV-durchlässigen Zwischenträger aus Polyester aufgebracht und anschließend auf das photoleitfähige System in einem Laminator unter Druck und Erwärmen auf 40 bis 80°C, vorzugsweise auf 50 bis 60°C und im Vakuum

5 kaschiert wird. Dieser Prozeß läßt sich auch kontinuierlich in einer Anordnung des photoleitfähigen Systems als Doppelschicht derart gestalten, daß die Schichten des photoleitfähigen Systems und Schutzschicht jeweils zum Beispiel durch Fließerantrag aufgebracht werden und nach

10 Trocknen die beiden Schichten unter Druck aufeinanderkaschiert werden. Die Härtung mit ultraviolettem Licht und gegebenenfalls das Abstreifen des Zwischenträgers können sich kontinuierlich anschliessen. Eine spezielle Anwendung dieser Methode für Trommelbeschichtungen ist

15 dadurch gegeben, daß man die Innenseite einer Polyester-schlauchfolie als Zwischenträger mit der Schutzschicht 3 belegt, diese Schlauchfolie auf die Photoleitertrommel aufschumpft und anschließend mittels UV-Bestrahlung härtet und die Schlauchfolie als Zwischenträger an-

20 schließend oder zu einem späteren Zeitpunkt abstreift.

Wie schon beschrieben, ist die Schutzschicht für UV-Licht optisch transparent. Die auf einem photoleitfähigen System aus organischen Materialien erzeugte zusammenhängende Schicht hat eine gleichmäßige Dicke von 0,1 - 10,

25 vorzugsweise von 0,5 - 5,0 μm . Die Filmoberfläche erweist sich als glatt, was für eine optimale Reinigung notwendig ist. Auch die Adhäsion zwischen Schutzschicht und photoleitfähigem System ist groß genug, um mechanischer Ein-

30 wirkung, zum Beispiel durch die Reinigungsbürste, stand-

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

- 10 -

zuhalten. Der Abrieb wie auch die Oberflächenverfilmung sind im Vergleich zu einem Photoleittersystem, dessen Schutzschicht durch Beschichten aufgebracht wurde, deutlich vermindert.

5 Wesentlich ist auch, daß sich die Schutzschicht triboelektrisch wie das photoleitfähige System verhält. Bei 40 - 50°C als Lagertemperatur verklebt sich die Schutzschicht nicht, und es schwitzt auch keine Komponente aus
10 dem photoleitfähigen System aus. Die Schutzschicht kann auch zur Verhinderung von Auskristallisationseffekten dienen, die durch Berührung mit der photoleitfähigen Oberfläche entstehen können. Die elektrische Leitfähigkeit der Schutzschicht ist so beschaffen, daß die Auflad-
15 barkeit des photoleitenden Systems nicht beeinflußt wird. Andererseits gewähren die genannten Materialien der Schutzschicht elektrische Durchlässigkeit, so daß beim Belichten Ladungen von der Oberfläche - bis gegebenenfalls auf eine geringe Restspannung - abfließen können.
20 Das elektrostatische Ladungsbild bleibt nach dem Belichten bis zur Bildentwicklung vollkommen erhalten, was notwendig ist, da sonst die Auflösung der Kopie abnimmt. Der spezifische Widerstand der Schutzschicht wird durch Feuchtigkeit der Umgebung nicht wesentlich verändert.

25 Als elektrisch leitende Schichtträger kommen zum Beispiel Aluminium-Folie, gegebenenfalls transparente, mit Aluminium bedampfte oder kaschierte Polyester-Folie zum Einsatz, jedoch kann jeder andere genügend leitfähig ge-
30 machte Schichtträger verwendet werden.

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

- 11 -

Als photoleitfähiges System werden bekannte Anordnungen aus organischen Materialien angesehen, die in mindestens einer Schicht Ladungsträger erzeugende und Ladungen transportierende Verbindungen enthalten. Bevorzugt eingesetzt werden solche hochlichtempfindlichen Systeme, die die Doppelschichtanordnung besitzen, welche aufgrund ihrer großen Elastizität auch auf elektrisch leitfähigen Schichtträgerfolien als Photoleiterbänder verwendet werden können. Insbesondere lassen sich sehr hochlichtempfindliche Photoleitersysteme, zum Beispiel entsprechend DE-OS 27 34 288, wegen ihrer großen Flexibilität als Endlosbänder einsetzen, die über Umlenkwalzen mit relativ kleinem Durchmesser geführt werden können.

Zwischen dem elektrisch leitenden Schichtträger und dem photoleitfähigen System kann weiterhin eine isolierende Zwischenschicht vorgesehen sein. Die isolierende Zwischenschicht kann durch eine thermisch, anodisch oder chemisch erzeugte Aluminiumoxid-Zwischenschicht hergestellt werden. Sie kann auch aus organischen Materialien bestehen. So werden unterschiedliche Natur- bzw. Kunstharzbindemittel verwendet, die gut auf einer Metall- bzw. Aluminium-Oberfläche haften und beim nachfolgenden Anbringen der weiteren Schichten wenig angelöst werden, wie zum Beispiel Polyamidharze, Polyvinylphosphonsäure, Polyurethane, Polyesterharze oder spezifisch alkalilösliche Bindemittel, wie zum Beispiel Styrol-Maleinsäureanhydrid-Copolymerisate. Die Dicke solcher organischen Zwischenschichten kann bis zu 5 μm betragen, die der Aluminiumoxidschicht liegt größtenteils im Bereich von 0,01 - 1 μm .

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

- 12 -

Neben den bekannten Ladungsträger erzeugenden und den
Ladungen transportierenden Verbindungen des photoleit-
fähigen Systems wie Farbstoffen und Pigmenten bzw.
carbocyclischen oder heterocyclischen Monomeren oder
5 Polymeren, vorzugsweise aminosubstituierten Verbindungen,
beeinflußt das zugesetzte Bindemittel sowohl das mecha-
nische Verhalten wie Flexibilität, Filmbildung etc. als
auch in gewissem Umfang das elektrophotographische Ver-
halten wie Photoempfindlichkeit, Restladung und
10 zyklisches Verhalten.

Als Bindemittel werden filmbildende Verbindungen wie
Polyesterharze, Polyvinylchlorid/Polyvinylacetat-Misch-
polymerisate, Styrol-Maleinsäureanhydrid-Copolymerisate,
15 Polycarbonate, Silikonharze, Polyurethane, Epoxidharze,
Acrylate, Polyvinylacetale, Polystyrole, Cellulose-Deri-
vate wie Celluloseacetobutyrate etc. eingesetzt. Außerdem
werden nachvernetzende Bindemittelsysteme wie DD-Lacke,
polyisocyanatvernetzbare Acrylatharze, Melaminharze, un-
20 gesättigte Polyester-Harze etc. erfolgreich angewandt.

Wegen der kombinierten Vorteile (hohe Photoempfindlich-
keit, Blitzempfindlichkeit, hohe Flexibilität) ist der
Einsatz von Cellulosenitrat, insbesondere der hoch-
25 viskosen Typen, bevorzugt.

Es können auch übliche Zusätze dem photoleitfähigen
System zugefügt sein wie Verlaufmittel wie Silikonöle,
Netzmittel, insbesondere nicht-ionogene Substanzen,
30 Weichmacher unterschiedlicher Zusammensetzung wie zum

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

- 13 -

Beispiel auf Basis chlorierter Kohlenwasserstoffe oder auf Basis von Phthalsäureester. Gegebenenfalls können als Zusatz auch Sensibilisatoren und/oder Akzeptoren zugefügt sein.

5 Die Erfindung wird anhand der Beispiele näher erläutert.

Beispiel 1

Auf ein elektrophotographisches Aufzeichnungsmaterial bestehend nach der Reihenfolge der Schichten aus einem
10 elektrisch leitenden Schichtträger aus einer 125 µm dicken Polyesterfolie, auf die eine 12 µm dicke Schicht aus Aluminium kaschiert ist, einer aufgetragenen 0,2 µm dicken Farbstoffschicht aus N,N'-Dimethylperylimid (C.I. 71 130) als Ladungsträger erzeugender Schicht und einer
15 8 µm dicken Ladungen transportierenden Schicht aus einer Mischung aus 2,5-Bis-(4'-diethylaminophenyl)-oxdiazol-1,3,4 und Cellulosenitrat vom Normtyp 7E gemäß DIN 53 179 im Gewichtsverhältnis von 65 : 35 wird eine UV-härtbare Schutzschicht aufgebracht.

20

Hierzu wird eine Polyesterfolie sehr guter Planheit und Transparenz von 75 µm Dicke als Träger mit einer Mischung aus 50 Gewichtsteilen eines acrylierten Polyurethans (VPS 1748, Degussa) mit einer Viskosität (25°C) von ca.
25 300 Pa·s, einer Dichte von 1,15 g/cm³ und einer Säurezahl von maximal 0,1 mg KOH/g als Reaktivharz, 45 Gewichtsteilen eines Pentaerythrittri(tetra)-acrylats (PETA, Degussa) als Reaktivverdünner und 5 Gewichtsteilen eines Gemisches aus substituiertem α -Halogenacetophenon und einer Epoxid-
30 gruppen-haltigen Verbindung (Sandoray^(R)1000, Sandoz AG) als Photoinitiator homogen versehen. Das Schichtgewicht

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

- 14 -

der Mischung beträgt $1,6 \text{ g/m}^2$ entsprechend einer Dicke von ungefähr $1,6 \text{ }\mu\text{m}$. Unter Erwärmen der Folien auf $50 - 60^\circ\text{C}$ unter leichtem Walzenandruck wird die so erhaltene beschichtete Folie schichtseitig in einem Laminiergerät auf die Ladungstransportschicht des Aufzeichnungsmaterials kaschiert.

Der Verbund wird anschließend mittels UV-Belichtung mit einer Quecksilberhochdrucklampe (100 W/cm) innerhalb von 10 15 Sekunden im Abstand von 25 cm auf einer sich drehenden Trommel gehärtet. Danach wird die als Träger der Schutzschicht dienende Polyesterfolie teilweise abgestreift und die Photoempfindlichkeit und die Abriebfestigkeit mit und ohne Schutzschicht unter den gleichen, wie folgt beschriebenen Bedingungen vermessen.

Photoempfindlichkeit: Zur Ermittlung der Hellentladungskurven bewegt sich die Meßprobe auf einem sich drehenden Teller durch eine Aufladevorrichtung hindurch zu einer 20 Belichtungsstation, wo sie mit einer Xenonlampe kontinuierlich belichtet wird. Ein Wärmeabsorptionsglas und ein Neutralfilter mit 15 % Transparenz sind der Xenonlampe vorgeschaltet. Die Lichtintensität in der Meßebene liegt im Bereich von $40 - 60 \text{ }\mu\text{W/cm}^2$; sie wird unmittelbar nach 25 Ermittlung der Hellabfallkurve mit einem Optometer gemessen. Die Aufladungshöhe (U_0) und die photoinduzierte Hellabfallkurve werden über ein Elektrometer durch eine transparente Sonde oszillographisch aufgezeichnet. Die Photoleiterschicht wird durch die Aufladungshöhe (U_0) und 30 diejenige Zeit ($T_{1/2}$) charakterisiert, nach der die Hälft-

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

- 15 -

te der Aufladung ($U_O/2$) erreicht ist. Das Produkt aus $T_{1/2}$ und der gemessenen Lichtintensität I ($\mu W/cm^2$) ist die Halbwertsenergie $E_{1/2}$ ($\mu J/cm^2$).

- 5 Die Restladung (U_R) nach 0,1 sec, ermittelt aus obigen Hellentladekurven, ist ein weiteres Maß für die Entladung der Photoleiterschicht.

- 10 Abriebverhalten: Es wird an einem Norm-Abriebgerät (Taber Abraser Typ 352) der Abrieb beider Materialien unter folgenden Bedingungen gemessen:

Abriebmittel (Reibrollen): CS-10 F Calibrese

Belastung : 250 g

- 15 Abriebfläche : 26,3 cm^2

Anzahl der Zyklen : 200

Der Abrieb in g/m^2 ist der Quotient aus dem gravimetrisch ermittelten Abrieb in mg und der Abriebfläche.

20

Tabelle:

	Aufzeich- nungs- material	Schutz- schicht- dicke(μm)	(-) U_O/V	U_R/V $n \cdot 0,1s$	$E_{1/2} \mu J/cm^2$	Abrieb g/m^2
25	1	-	610	110	1,2	2,2-2,6
		1,6	620	170	1,4	0,2
	2	-	620	90	1,0	2,2-2,6
30		1,6	620	170	1,3	0,2

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

- 16 -

Der Tabelle sind auch Werte für ein Aufzeichnungsmaterial
2 zu entnehmen, das unter gleichen Bedingungen, wie be-
schrieben, hergestellt und vermessen wurde, mit dem Un-
terschied, daß als Farbstoff N,N-Di(3-methoxypropyl)-
5 perylimid vorlag.

Beispiel 2

Ein photoleitfähiges System aus 100 µm dicker Aluminium-
folie als Schichtträger, einer darauf befindlichen Farb-
10 stoffschicht mit N,N'-Dimethylperylimid einer Dicke ent-
sprechend 0,2 g/m² sowie einer Ladungstransportschicht
aus 50 Gewichtsteilen 2,5-Bis(4'-diethylaminophenyl)-
oxdiazol-1,3,4, 25 Gewichtsteilen Polyesterharz und 25
Gewichtsteilen Polyvinylchlorid/Polyvinylacetat-Copolymer
15 einer Dicke entsprechend ca. 10 g/m² wird mit einer UV-
härtbaren Schutzschicht einer Dicke entsprechend 2 µm
überzogen. Zunächst wird die Schutzschicht, die aus
80 Gewichtsteilen Reaktivharz, 15 Gewichtsteilen Reaktiv-
verdünner sowie 5 Gewichtsteilen Photoinitiator, analog
20 dem vorhergegangenen Versuch, besteht, auf eine plane
Polyethylenfolie aufgetragen und dieser Verbund auf das
photoleitfähige System kaschiert. Anschließend wird mit
UV-Licht gehärtet unter den in Beispiel 1 angegebenen
Bedingungen und die Polyethylenfolie entfernt. Die Be-
25 stimmung von Photoempfindlichkeit und Abriebverhalten
wird gemäß Beispiel 1 durchgeführt.

Schutz- schicht	Dicke (µm)	(-)U _O /V	U _R /V n.0,1s	E _{1/2} µJ/cm ²	Abrieb g/m ²
nein	-	680	190	2,2	1,6
ja	2	690	280	3,45	0,01

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 -

Beispiel 3

Eine Photoleiterschicht einer Dicke entsprechend ca.
7 g/m² aus 65 Gewichtsteilen 2,5-Bis-(4'-diethylamino-
phenyl)-oxdiazol-1,3,4 und 35 Gewichtsteilen Cellulose-
5 nitrat vom Normtyp 4E (DIN 53 179), in die 5 Gewichtsteile
N,N'-Dimethylperylimid homogen dispergiert sind, auf einem
100 µm dicken Aluminiumschichtträger wird mit einer UV-
härtbaren Schutzschicht überschichtet. Die Bedingungen
zum Aufbringen der Schutzschicht mit einer Dicke von
10 2 - 3 µm, deren Zusammensetzung sowie die Bestimmung
von Photoempfindlichkeit und Abrieb sind die gleichen
wie in Beispiel 1 beschrieben.

15	Aufzeichnungsmaterial Schutzschicht	(±)U ₀ /V	E _{1/2} µJ/cm ²	Abrieb g/m ²
	ohne	(-) 470	9,5	2,3
	ohne	(+) 590	8,8	2,3
	mit	(-) 590	19,6	nicht meßbar
20	mit	(+) 730	13,5	nicht meßbar

Beispiel 4

Ein analog Beispiel 1 hergestelltes photoleitfähiges
System, das auf einer 75 µm dicken Aluminium-bedampften
25 Polyesterfolie die photoleitfähige Schicht und eine
Schutzschicht von ca. 1 µm Dicke hat, wird in einem
Trockentonerkopiergerät hinsichtlich seiner Oberflächen-
eigenschaften und seiner Photoempfindlichkeit getestet.
Zur Entwicklung dient eine Magnetbürsteneinrichtung mit
30 einem Zweikomponententonergemisch, zur Reinigung der Pho-

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 -

toleiteroberfläche von restlichem Toner wird die Schicht an einer rotierenden Bürste vorbeigeführt. Dabei zeigt sich, daß unter gleichen Kopierbedingungen die Kopienqualität mit und ohne Schutzschicht gleich ist. Im Dauer-
5 kopierversuch sind nach 1.500 Kopien bereits Oberflächenverfilmungen auf der Photoleiterschicht ohne Schutzschicht sichtbar, und die Oberfläche ist matter, dagegen sind überhaupt keine Oberflächenverfilmungen auf einer solchen mit Schutzschicht erkennbar, und die Oberfläche
10 ist noch glänzend.

Tabelle

Kopienanzahl	$(-)U_O/V$	U_R/V (in Kopierstellung)	Photoleiter
15			
	0	430	30
		430	50
	1.500	510	80
		500	60
			ohne
			mit Schutzschicht
			ohne
			mit Schutzschicht

20

Es zeigt sich hierdurch, daß die Restladung bei einem Material ohne Schutzschicht von 30 auf 80 Volt ansteigt, während die leicht erhöhte Restladung bei einem Material mit Schutzschicht praktisch konstant oder doch nur ge-
25 ringfügig angestiegen ist.

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 81/K 030

- 19 -

19. Mai 1982
WLK-Dr.S-cb

Patentansprüche

1. Elektrophotographisches Aufzeichnungsmaterial aus einem elektrisch leitenden Schichtträger, gegebenenfalls
5 einer isolierenden Zwischenschicht, einem photoleitfähigen System aus mindestens einer Schicht organischer Materialien mit Ladungsträger erzeugender Verbindung und Ladungen transportierender Verbindung und einer strahlungsgehärteten, transparenten Schutzschicht, dadurch
10 gekennzeichnet, daß die mit Hilfe eines entfernbaren Zwischenträgers auf die Oberfläche des photoleitfähigen Systems aufgebrachte Schutzschicht aus acryliertem Bindemittel besteht, das durch Bestrahlung mit ultraviolettem Licht gehärtet ist.

15

2. Aufzeichnungsmaterial nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Schutzschicht acryliertes Polyurethan, acrylierten Polyester oder acryliertes Epoxidharz enthält.

20

3. Aufzeichnungsmaterial nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Schutzschicht acryliertes Polyurethan enthält.

25

4. Aufzeichnungsmaterial nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Schutzschicht reaktiven Verdünner enthält.

5. Aufzeichnungsmaterial nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Schutzschicht als reaktiven Ver-
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

- 20 -

dünner Trimethylolacrylat und/oder Pentaerythrit-tri-
(tetra)-acrylat enthält.

6. Aufzeichnungsmaterial nach Anspruch 1, dadurch ge-
5 kennzeichnet, daß die Schutzschicht Photoinitiator ent-
hält.

7. Aufzeichnungsmaterial nach Anspruch 6, dadurch ge-
kennzeichnet, daß die Schutzschicht als Photoinitiator
10 substituiertes α -Halogenacetophenon oder Benzildimethyl-
ketal enthält.

8. Aufzeichnungsmaterial nach Ansprüchen 1 bis 7, da-
durch gekennzeichnet, daß die Schutzschicht aus 40 - 80
15 Gewichtsteilen eines acrylierten Polyurethans, 15 - 50
Gewichtsteilen Trimethylolacrylat und 1 - 5 Gewichts-
teilen Photoinitiator besteht.

9. Aufzeichnungsmaterial nach Ansprüchen 1 bis 8, da-
20 durch gekennzeichnet, daß die Schutzschicht 0,1 bis 10 μ m
dick ist.

10. Aufzeichnungsmaterial nach Ansprüchen 1 bis 9 mit
entfernbarem Zwischenträger.

25

11. Verfahren zum Herstellen eines elektrophotogra-
phischen Aufzeichnungsmaterials bestehend aus einem elek-
trisch leitenden Schichtträger, gegebenenfalls einer
isolierenden Zwischenschicht, einem photoleitfähigen
30 System aus mindestens einer Schicht organischer Materia-

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 -

lien mit Ladungsträger erzeugender Verbindung und Ladungen transportierender Verbindung und einer transparenten strahlungsgehärteten Schutzschicht, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Oberfläche des photoleitfähigen

5 Systems eine auf einem Zwischenträger befindliche, aus acryliertem Bindemittel bestehende Schutzschicht aufbringt, die Schutzschicht durch Bestrahlen mit ultravioletttem Licht härtet und den Zwischenträger entfernt.

10 12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß man die auf dem Zwischenträger befindliche Schutzschicht auf die Oberfläche des photoleitfähigen Systems unter Erwärmen auf 40 bis 80 °C und unter leichtem Andruck auflaminiert.

15

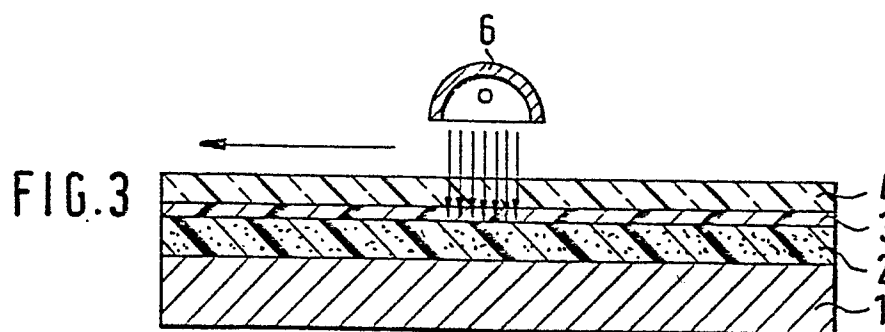
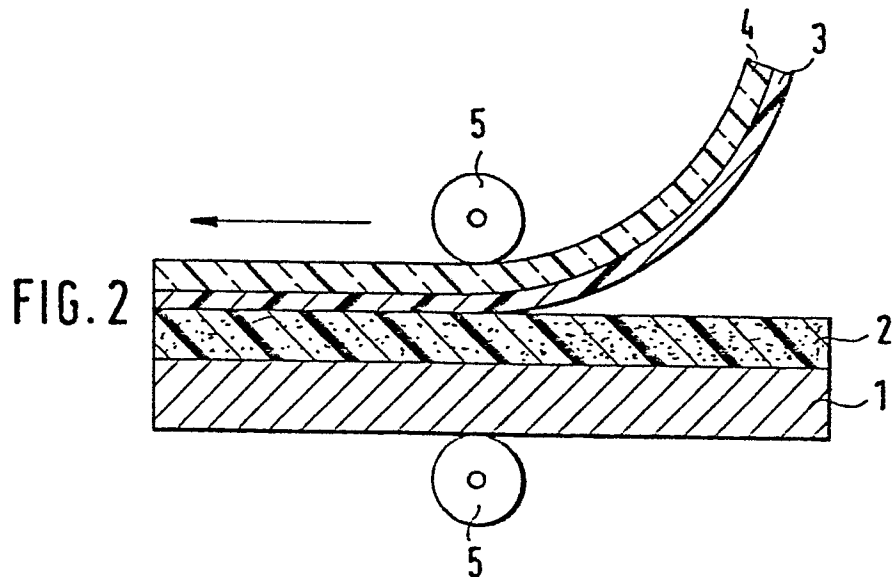
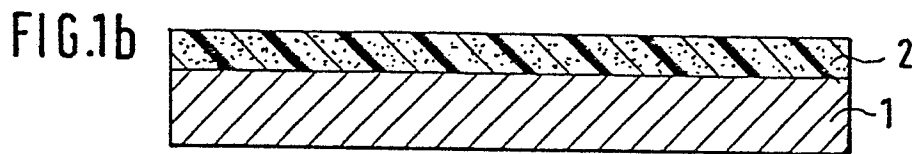
13. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß man den Zwischenträger im Anschluß an die UV-Bestrahlung entfernt.

20 14. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß man den Zwischenträger vor Gebrauch des elektrophotographischen Aufzeichnungsmaterials entfernt.

25

30

1 / 2



2/2

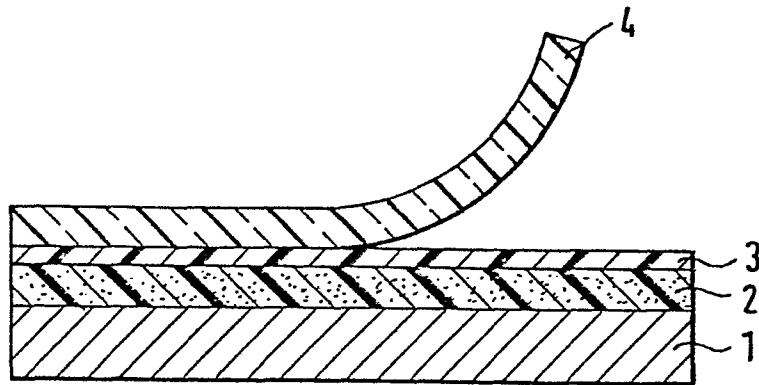


FIG. 4

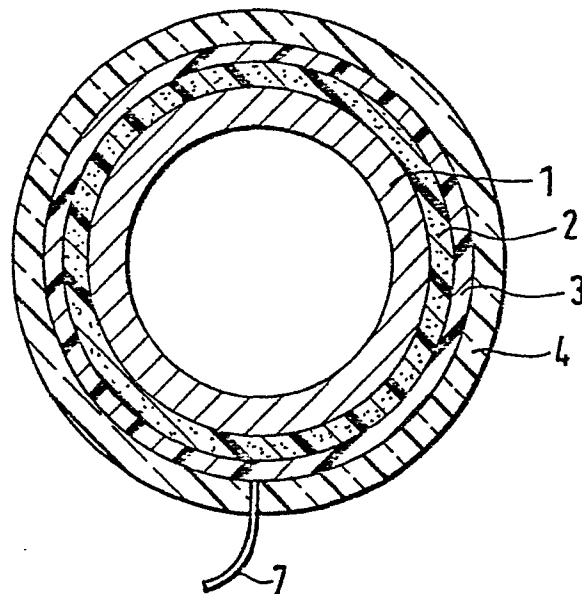


FIG. 5