有機感光体用材料技術

中村　洋一（なかむら　よういち）

1　まえがき

近年，プリンタ，複写機，ファクシミリ，バリアブル印刷機などの感光体応用機器は，デジタル化，カラー化，ネットワーク化の進展に伴い，企業向け，個人向けとも従来に比べ情報量が多く密度の高い原稿が増え，かつその取扱数も増えている。

このような市場動向に伴い，感光体にはさらなる高感度化，高速応答化，高解像度化，高安定化とともに小型化，低価格化も求められている。富士電機ではこれらの要求に応えるため種々の特徴ある有機感光体を製品化している。

本稿ではこれらの有機感光体に関する基礎技術である材料技術と化学技術の概要，特徴について紹介する。

2　有機感光体

有機感光体（OPC：Organic Photoconductor）は感光体表面の電位差を利用して画像を形成するが，原理的には電位の極性は正極性・負極性のいずれでも差し支えない。

OPC の画像形成電位の極性が正極性であるものを正帯電型 OPC と呼び，負極性であるものを負帯電型 OPC と呼ぶ。**図 1** に負帯電積層型 OPC，**図 2** に正帯電単層型 OPC の層構成と動作原理を示す。

負帯電積層型 OPC はまずアルミニウム管などの導電性基体上に樹脂などから成る下引き層（UCL：Under Coat Layer）を設ける。その上に電荷発生材料（CGM：Charge Generation Material）と樹脂などから成る電荷発生層（CGL：Charge Generation Layer）を設け，さらにその上に電荷輸送材料（CTM：Charge Transport Material）の一種である正孔輸送材料（HTM：Hole Transport Material）と樹脂などから成る電荷輸送層（CTL：Charge Transport Layer）を設けて，機能別積層により感光層を設けた構造である。

正帯電単層型 OPC もまずアルミニウム管などの導電性基体上に樹脂などから成る UCL を設ける。その上に CGM，HTM，CTM の一種である電子輸送材料（ETM：Electron Transport Material）と樹脂などから成る単層の感光層を設けた構造である。

感光層表面を帯電させたのち露光すると，CGM で正負両電荷が発生し，正電荷は HTM 間を移動して負帯電型の場合には感光層表面に，正帯電型の場合にはさらに UCL を通過して基体に達する。一方，負電荷は負帯電型の場合

図 1　負帯電積層型 OPC の層構成と動作原理

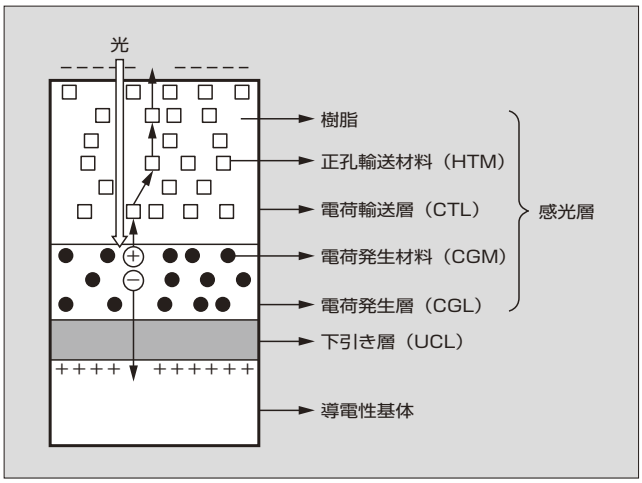
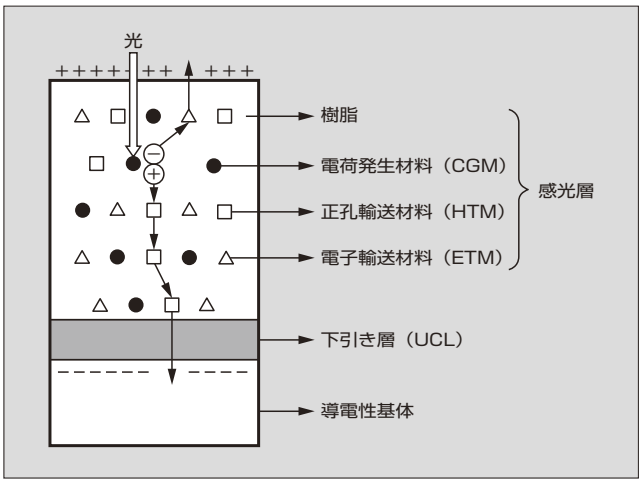


図 2　正帯電単層型 OPC の層構成と動作原理



中村　洋一

有機電子材料の開発および有機感光体の開発に従事。現在，富士電機デバイステクノロジー株式会社情報デバイス事業本部画像デバイス事業部開発部課長。日本化学会会員。

には UCL を通過して基体に，正帯電型の場合には ETM 間を移動して感光層表面に達する。これにより感光体表面電荷が中和され，周囲表面との電位差により静電潜像が形成される。この後，トナー（粉末着色樹脂インク）による潜像の可視化とトナーの紙への転写・加熱溶融定着を経てプリントが完成する。

3　材料技術・化学技術

3.1　OPC 材料

表 1 に OPC の主要材料を示す。UCL 材料，CGM，HTM，ETM などの機能材料，各種樹脂などの膜形成材料，およびさらなる高性能を付与する添加剤などから成っている。

OPC が広く市場に受け入れられるためには，機能材料，膜形成材料，添加剤などの材料個々の性能はもとより，相互にバランスよく最適に設計することも必要である。ここに OPC 材料技術の難しさの一端があり，富士電機では独自の材料技術により市場動向に合致することはもとより，市場を切り開き先取りした新しい性能を提供している。

表 1　OPC材料の一例

層		構成材料	
感光層	電荷輸送層（CTL）	正孔輸送材料（HTM）	アリールアミン類，ピラゾリン類，ヒドラゾン類，スチルベン類，ベンジジン類など
		電子輸送材料（ETM）	アゾキノン類など
		膜形成材料	ポリカーボネート類，ポリエステル類など
		添加剤	感光体特性改善材料，膜形成補助材料，塗布液劣化防止材料など
	電荷発生層（CGL）	電荷発生材料（CGM）	フタロシアニン類，アゾ類など
		膜形成材料	ポリ酢酸ビニル類，ポリケタール類など
		添加剤	感光体特性改善材料，膜形成補助材料，塗布液劣化防止材料など
下引き層（UCL）		導電性材料	金属酸化物類など
		膜形成材料	ポリアミド類，ポリエステル類，メラミン類など
		添加剤	感光体特性改善材料，膜形成補助材料，塗布液劣化防止材料など

3.2　分子設計技術

図 3 に分子設計の流れの一例を示す。OPC 材料は化学技術により分子設計されるが，従来は経験と試行錯誤的な側面も少なくなく，情報技術産業の技術革新速度に歩調を合わせるにはさらなる効率化が必要である。

また近年，コンピュータ分子設計技術は計算アルゴリズムの改良，コンピュータの高速化により実用域に達してきている[(1)]。

富士電機では分子設計システムを導入し，OPC 材料に合わせた独自のハードウェア構成，ソフトウェア改良，データ解析によりコンピュータ分子設計技術を確立している。

図 4 に OPC 材料の分子軌道の一例を示す。この材料については OPC 性能，合成時の化学反応性，原料コストなどを計算検討して分子構造を決定することにより，机上構想から化合物の入手まで 3 か月で完了し，所定の設計性能を実現している。

図 4　OPC 材料の分子軌道の一例

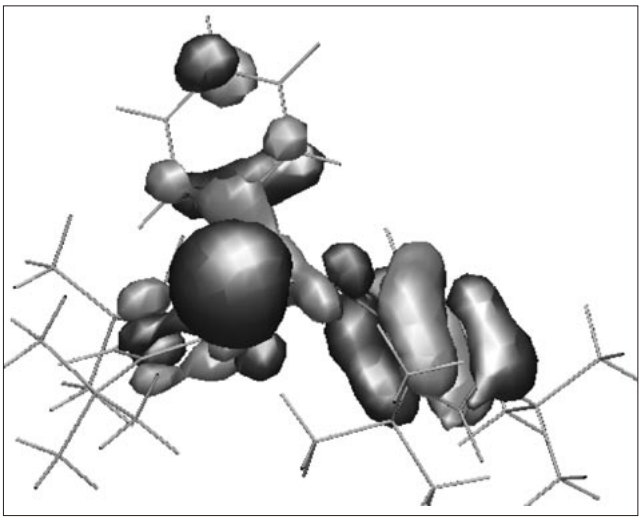
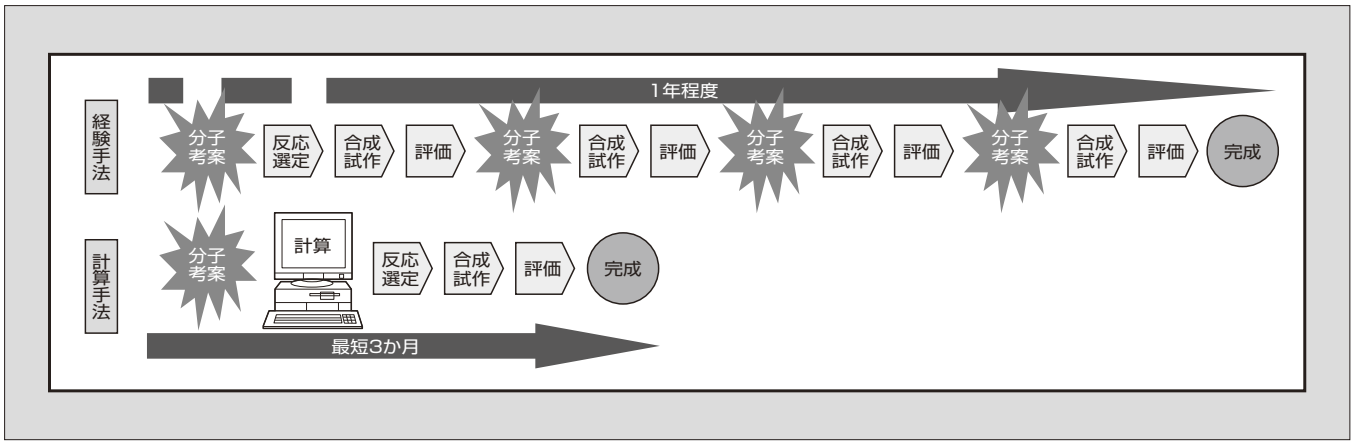


図 3　分子設計の流れの一例



3.3　合成技術

(1)　合成反応技術

分子設計されたOPC材料は化学技術により合成されるが，合成反応については極力高純度・高収率な反応を選択する必要がある。

また近年，レトロシンセシス（逆合成[2]）などの合成経路設計技術や鈴木反応[3]などの革新的な高反応性，高純度，高収率である合成反応が発展してきており，目的に応じて採用している。

(2)　プロセス制御技術

合成時のプロセス制御については，化学用材料合成の視点から電子用材料合成の視点に見方を変える必要がある。

表2に合成反応時の温度制御の一例を示す。設定値に対して反応安定時温度±0.5℃の条件では所定の性能のOPC材料が合成できなかったが，同±0.1℃の条件では高収率で所定の性能の材料が得られている。

富士電機ではプラント技術，プロセス制御技術を活用し，電機メーカーならではの精密な合成反応制御により，高純度かつ高収率なOPC材料を生産している。

3.4　精製技術

表3に精製技術の一例を示す。精製技術はOPC性能の発現のための重要な技術である。

富士電機では再結晶，カラム，蒸留，昇華などの個々の精製技術を目的に応じて使い分けているほか，クリーンルーム，工場立地条件なども含めて水，空気の質にも配慮して品質を維持している。

3.5　材料検査技術

表4に材料検査技術の一例を示す。各種のクロマトグラフィー分析技術，光学分析技術，熱分析技術，質量分析技術などを目的に応じて使い分けている。

3.6　塗布液技術

表5に塗布液技術の一つである劣化抑制技術の一例を示す。塗布液は塵埃（じんあい），アルミニウムくず，塗布膜くず，塗布装置くず，水分，酸素などの混入や暴露により，きわめて劣化しやすい環境にある。

富士電機では塗布液用劣化抑制添加剤の開発により，塗布液状態でのOPC材料の劣化を抑制しているため，幅広く好ましい材料を選ぶことができる。これによりOPCの性能向上・品質安定はもとより，廃棄ロスがきわめて少ない地球環境に優しい塗布液を完成している。

3.7　安全性技術

表6に安全性確認体制を示す。新規OPC材料は安全性確認が不可欠であるが，仕向け先各国の法令および富士電機の規定により開発の要所で第三者機関により安全性を確認している。安全性確認試験は仕向け先各国の基準をすべて満足する条件で行っている。

表2　プロセス制御技術の一例

OPC材料	温度制御項目	制御温度	収率（%）
A	オーバシュート	超過　1.0℃	0
		0.5℃	12
		0.1℃	95
	アンダシュート	不足　0.1℃	91
		0.5℃	43
		1.0℃	24
B	安定温度	公差　±0.5℃	0
		±0.1℃	94

表3　精製技術の一例

精製原理	精製方法
溶　解　度	再結晶など
吸着脱離分配	活性炭吸着，アルミナ吸着，シリカゲル吸着，ゼオライト吸着，カラムクロマトグラフィーなど
沸　　点	常圧蒸留，減圧蒸留など
昇　華　点	減圧昇華など

表4　材料検査技術の一例

検査関連技術	検査方法
分離技術	高速液体クロマトグラフィー，イオンクロマトグラフィー，ゲル浸透クロマトグラフィーなど
光学分析技術	赤外線吸収スペクトル，紫外可視吸収スペクトル，X線回折スペクトル，原子吸光スペクトル，レーザ散乱粒度スペクトルなど
熱分析技術	融点，示差走査熱量スペクトルなど
質量分析技術	質量スペクトルなど
そ　の　他	各種半導体特性，各種感光体特性など

表5　劣化抑制技術の一例

正孔輸送剤（HTM）	塗布液用劣化抑制添加剤	保存期間による残留電位推移（V）			
		初期	1週間後	1か月後	1年後
C	なし	10	55	127	136
	D	10	11	10	11
E	なし	10	39	61	85
	D	10	21	44	52
	F	10	11	11	10

＊残留電位は感光体特性の一種で、経時増加が少ない方が好適である。

表6　安全性確認体制

確認段階	確認組織	確認方法
分子設計	富士電機	既知危険分子構造の排除
合成設計	富士電機	原料不純物，副生成物などの確認
塗布液設計	第三者機関	エームズ試験，急性毒性など
感光体設計	第三者機関	仕向け先各国法令に適合する試験方法

4　あとがき

富士電機では独自の材料技術・化学技術を駆使してOPC材料を開発・生産し，OPC製品として供給している。

これらOPC材料の開発・生産は独自のコンピュータ分子設計技術・材料技術はもとより，関係会社および協力会社のプラント技術，プロセス制御技術などの化学技術を結集して行っている。

今後はOPC材料性能全般のさらなる向上を図るとともに，特にOPC応用機器のメンテナンスフリー化に貢献するため，OPC性能のさらなる公差の縮減と安定性の向上を図る方向である。

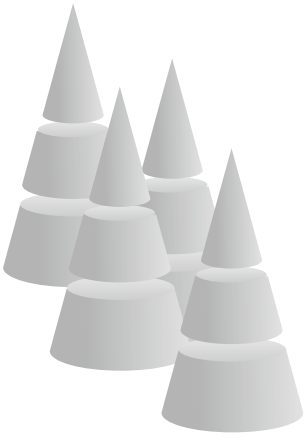
富士電機ではこれらの材料技術・化学技術を活用発展させ，カラー・高解像度といったより豊かな情報を安定して再現できるOPC製品を通じて，社会に貢献していく所存である。

参考文献

(1)　宮本明ほか．計算化学が拓く新しい材料設計．未来材料．vol.6, no.3, 2006, p.8–15.

(2)　Corey, E. J. ; Cheng, X.–M. The Logic of Chemical Synthesis, Wiley, New York. 1995,（ISBN0–47111–594–0）.

(3)　Suzuki, A. ; Brown, H. C. Organic Syntheses via Boranes. Volume 3 Suzuki Coupling, Aldrich Chemical Co., 2003, 314 p.（ISBN0–97084–419–0）.



＊本誌に記載されている会社名および製品名は，それぞれの会社が所有する
商標または登録商標である場合があります。