

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2007-119839

(P2007-119839A)

(43) 公開日 平成19年5月17日(2007.5.17)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C23C 16/505 (2006.01)	C23C 16/505	2H068
G03G 5/08 (2006.01)	G03G 5/08 360	4K030

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 24 頁)

(21) 出願番号 特願2005-313089 (P2005-313089)
 (22) 出願日 平成17年10月27日 (2005.10.27)

(71) 出願人 000001007
 キヤノン株式会社
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号
 (74) 代理人 100123788
 弁理士 宮崎 昭夫
 (74) 代理人 100106138
 弁理士 石橋 政幸
 (74) 代理人 100120628
 弁理士 岩田 慎一
 (74) 代理人 100127454
 弁理士 緒方 雅昭
 (72) 発明者 橋爪 淳一郎
 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

最終頁に続く

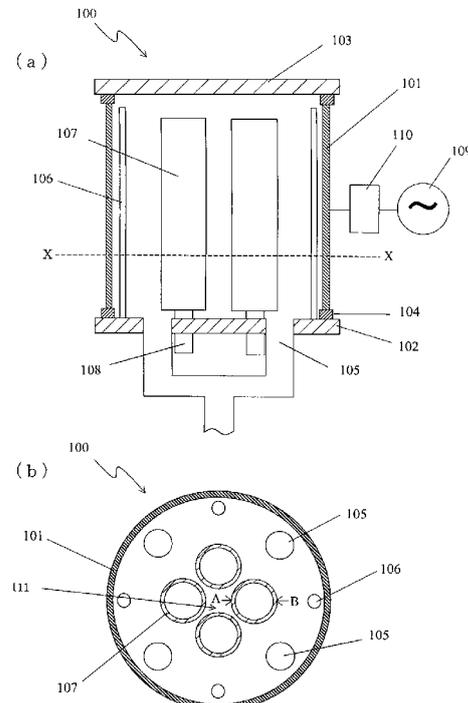
(54) 【発明の名称】 堆積膜形成方法

(57) 【要約】

【課題】 電気的特性を犠牲にすることなく、製造コストを下げ、歩留まりよく安定して製造し得る堆積膜形成方法を提供する。

【解決手段】 堆積膜形成装置において、反応容器100の内部に複数の円筒状基体107が同一円周上に配置され、複数の円筒状基体107を取り囲むように放電電極101が設置されている。この堆積膜形成装置を用い、高周波電力を印加することによって複数の円筒状基体107上に堆積膜を形成する際に、円筒状基体107の表面での堆積速度を、放電電極と対向する面(B位置)での堆積速度に対する、複数の円筒状基体107に囲まれた中央空間111の中心に向いた面(A位置)での堆積速度の比が5%以上かつ30%以下となるように設定する。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

減圧可能な反応容器と、該反応容器内部にて同一円周上に配置された複数の円筒状基体と、原料ガス導入手段と、前記複数の円筒状基体を取り囲むように設置された放電電極とを用い、該放電電極に高周波電力を印加し、前記反応容器内にグロー放電を発生させることにより、該反応容器内に導入された原料ガスを分解し、前記複数の円筒状基体上に堆積膜を形成する堆積膜形成方法において、

前記円筒状基体の表面での堆積速度を、前記放電電極と対向する面での堆積速度に対する、前記複数の円筒状基体に囲まれた中央空間の中心に向いた面での堆積速度の比が 5 % 以上かつ 30 % 以下となるように設定することを特徴とする堆積膜形成方法。

10

【請求項 2】

前記堆積速度の比が 8 % 以上かつ 20 % 以下となるように設定することを特徴とする、請求項 1 に記載の堆積膜形成方法。

【請求項 3】

前記複数の円筒状基体同士の間での最近接距離が 1 mm 以上かつ 10 mm 以下であることを特徴とする、請求項 1 または 2 に記載の堆積膜形成方法。

【請求項 4】

前記放電電極に印加する高周波電力が 1 MHz 以上かつ 20 MHz 以下の RF 帯であることを特徴とする、請求項 1 から 3 のいずれか 1 項に記載の堆積膜形成方法。

【請求項 5】

前記放電電極に印加する高周波電力が 13.56 MHz であることを特徴とする、請求項 4 に記載の堆積膜形成方法。

20

【請求項 6】

前記堆積膜が、シリコンを母体とし少なくとも水素を含有する非単結晶材料により構成されることを特徴とする、請求項 1 から 5 のいずれか 1 項に記載の堆積膜形成方法。

【請求項 7】

前記円筒状基体の本数が 3 本または 4 本であることを特徴とする、請求項 1 から 6 のいずれか 1 項に記載の堆積膜形成方法。

【請求項 8】

前記円筒状基体を回転させながら成膜を行うことを特徴とする、請求項 1 から 7 のいずれか 1 項に記載の堆積膜形成方法。

30

【請求項 9】

電子写真感光体の製造に用いられる、請求項 1 から 8 のいずれか 1 項に記載の堆積膜形成方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、グロー放電プラズマ CVD (Chemical Vapor Deposition) 法によって基体上に堆積膜を形成する装置および方法と、電子写真感光体に関する。とりわけ、本発明は機能性膜、特に半導体デバイス、電子写真用感光体、画像入力用ラインセンサー、撮影デバイス、光起電力デバイス等に用いられる堆積膜の形成方法に関する。

40

【背景技術】

【0002】

従来、電子写真感光体に用いられる素子部材を、セレン、硫化カドミニウム、酸化亜鉛、フタロシアニン、アモルファスシリコン(以下「a-Si」と記す)等の各種材料から構成する技術が提案されている。中でも a-Si に代表される珪素原子を主成分として含む非単結晶質堆積膜、例えば水素および/またはハロゲン(例えばフッ素や塩素等)で補償された a-Si 等のアモルファス堆積膜が提案されている。このようなアモルファス堆積膜は、高性能、高耐久、無公害な感光体であり、実用化されているものもある。このような堆積膜の形成法として、従来、スパッタリング法、熱により原料ガスを分解する熱 C

50

V D法、光により原料ガスを分解する光C V D法、プラズマにより原料ガスを分解するプラズマC V D法等、多数の方法が知られている。プラズマC V D法では、原料ガスを直流または高周波(R FやV H F)やマイクロ波などのグロー放電等によって分解し、ガラス、石英、耐熱性合成樹脂フィルム、ステンレス、アルミニウム等の導電性基体上に薄膜状堆積膜を形成する。このプラズマC V D法は、電子写真用a - S i堆積膜の形成方法等において、現在実用化が非常に進んでおり、そのための装置も多数提案されている。

【0003】

例えば、以下に記載する光導電層の上に表面保護層が設けられた光導電部材が知られている。この光導電部材の光導電層は、シリコン原子を主体とし、水素原子またはハロゲン原子の少なくともいずれか一方を含むアモルファス材料で構成されている。そして、表面保護層は、シリコン原子および炭素原子を母体とし、水素原子を含む非光導電性のアモルファス材料で構成されている。

10

【0004】

これらの従来技術によりa - S i等からなる堆積膜を形成する方法は、例えば次のように行われる。

【0005】

図5は、電子写真感光体を作成するために供される、13.56MHzの高周波電源を用いたR FプラズマC V D法を行う堆積膜形成装置の一例(特許文献1参照)を模式的に示している。

【0006】

この堆積膜形成装置は、反応容器401と、反応容器401内を減圧するための排気装置408から構成されている。反応容器401内には、アースに接続された導電性受け台407の上に円筒状基体402が設置され、さらに円筒状基体402のための基体加熱ヒーター403と、原料ガス導入管405が設置されている。また、導電性材料からなる放電電極406が設置され、絶縁碍子413によって絶縁されている。放電電極406にはマッチングボックス411を介して13.56MHzの高周波電源412が接続されている。

20

【0007】

不図示の原料ガス供給手段を構成する各ポンペは、原料ガス導入バルブ409を介して反応容器401内のガス導入管405に接続されている。

30

【0008】

以下、図5の装置を用いた、従来の電子写真感光体の形成方法の一例について説明する。

【0009】

例えば旋盤を用いて表面に鏡面加工を施した円筒状基体402を、反応容器401内の基体加熱ヒーター403を取り囲むように導電性受け台407に取り付ける。

【0010】

次に、メインバルブ415を開いて反応容器401および原料ガス導入管405内を排気する。真空計410の読みが0.67Pa以下になった時点で原料ガス導入バルブ409を開き、加熱用の不活性ガス、一例としてアルゴンを原料ガス導入管405より反応容器401に導入する。そして、反応容器401内が所望の圧力になるように加熱用の不活性ガスの流量と、メインバルブ415の開口あるいは排気装置408の排気速度を調整する。その後、不図示の温度コントローラーを作動させて基体加熱ヒーター403により円筒状基体402を加熱し、円筒状基体402の温度を20 ~ 500の所望の温度に制御する。円筒状基体402が所望の温度に加熱されたところで、不活性ガスを徐々に止めると同時に、成膜用の所定の原料ガスを反応容器401内に徐々に導入する。原料ガスは、例えば、SiH₄、Si₂H₆、CH₄、C₂H₆などの材料ガスや、B₂H₆、PH₃などのドーピングガスであり、不図示のガス供給手段により混合された後に、反応容器401内に導入される。次に、不図示のマスフローコントローラーによって、原料ガスが所定の流量になるように調整する。その際に、反応容器401内を0.1Paから数百Paの圧力

40

50

に維持するように、真空計 4 1 0 を見ながらメインバルブ 4 1 5 の開口あるいは排気装置 4 0 8 の排気速度を調整する。

【 0 0 1 1 】

以上の手順によって成膜準備を完了した後、円筒状基体 4 0 2 上に光導電層の形成を行なう。内圧が安定したのを確認した後に、高周波電源 4 1 2 を所望の電力に設定して高周波電力を放電電極 4 0 6 に供給し高周波グロー放電を生起させる。このときマッチングボックス 4 1 1 を調整して、反射波が最小となるようにし、高周波の入射電力から反射電力を差し引いた実効値を所望の値にする。この放電エネルギーによって、反応容器 4 0 1 内に導入した原料ガスが分解され、円筒状基体 4 0 2 上に所定の堆積膜が形成される。なお、膜形成を行っている間は円筒状基体 4 0 2 を駆動装置（不図示）によって所定の速度で回転させてもよい。所望の膜厚の堆積膜の形成が行われた後に、高周波電力の供給を止め、反応容器 4 0 1 への原料ガスの流入を止めて反応容器 4 0 1 内を一旦高真空に引き上げてから堆積膜形成工程を終える。前記した操作を繰り返し行うことによって、光導電層を形成する。

10

【 0 0 1 2 】

本発明の a - S i 系の表面保護層を形成する場合にも、必要となる原料ガスが変わるだけで、前記したのと同様の手順で行うことができる。

【 0 0 1 3 】

これらの技術により、電気的、光学的、および光導電率的特性が向上し、さらに、画像品位の向上も可能になっている。

20

【特許文献 1】特開平 1 0 - 6 3 0 2 4 号公報

【特許文献 2】特開昭 6 0 - 1 6 8 1 5 6 号公報

【特許文献 3】特開昭 6 0 - 1 7 8 4 5 7 号公報

【特許文献 4】特開昭 6 0 - 2 2 5 8 5 4 号公報

【特許文献 5】特開昭 6 1 - 2 3 1 5 6 1 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 1 4 】

このような従来の堆積膜形成方法および装置により、ある程度実用的な特性と均一性を持つ堆積膜を得ることが可能になった。特に、プラズマ C V D 法による成膜方法の中でも、高周波電力として R F 帯を用いる R F プラズマ C V D 法は、良好な特性の膜を容易に得られるという特徴があるため、a - S i を用いた電子写真感光体の製造などに広く用いられている。

30

【 0 0 1 5 】

しかし、近年、電子写真装置において、市場からの要求スペックが年々厳しくなり、さらなる高画質化、高速化、高耐久性、高機能化が求められるのみならず、本体価格やランニングコストの低減を図る価格競争も激化している。これに伴って、a - S i を用いた電子写真感光体にも従来のような電気特性の向上や画像品質の向上にとどまらず、よりコストの低い、安価な部材が要求されるようになってきた。

【 0 0 1 6 】

ところが、a - S i を用いた電子写真感光体は、a - S i の誘電率の高さゆえに、十分な帯電能を得るためには厚膜にせざるを得ず、場合によっては 1 0 μ m ~ 1 0 0 μ m もの厚さを有する堆積膜を形成しなければならない。しかし、R F プラズマ C V D 法を用いた製造方法では、堆積速度を速くすることが難しいため、成膜工程に長時間を要し、生産コストが上昇しがちであった。

40

【 0 0 1 7 】

また、従来プラズマ C V D 装置は、図 5 に示したとおり、同軸型の成膜装置が多く、この場合、円筒状基体 4 0 2 の周囲のプラズマ状態が対称であり、均一な膜厚および膜質が得られるというメリットがある。しかし、このプラズマ C V D 装置は、成膜炉 1 炉当たり 1 本の電子写真感光体しか得ることができず、成膜炉 1 台当たりの生産量がどうしても

50

低くならざるを得ないというデメリットもある。

【0018】

従来、成膜炉1台当たりの生産量を増やす一つの試みとして、堆積速度の向上が検討されてきた。しかし、堆積速度を速めるとどうしても堆積膜の膜質が低下してしまい、電子写真感光体としての特性が劣化するという、生産能力と特性のトレードオフが発生し、十分に満足する結果が得られていないのが現状であった。

【0019】

そこで本発明の目的は、前記した従来の電子写真感光体における諸問題を解決し、具体的には電気的特性を犠牲にすることなく製造コストを下げ、かつ歩留まりよく安定して製造し得る堆積膜形成方法を提供することにある。

10

【課題を解決するための手段】

【0020】

本発明の特徴は、減圧可能な反応容器と、反応容器内部にて同一円周上に配置された複数の円筒状基体と、原料ガス導入手段と、複数の円筒状基体を取り囲むように設置された放電電極とを用い、放電電極に高周波電力を印加し、反応容器内にグロー放電を発生させることにより、反応容器内に導入された原料ガスを分解し、複数の円筒状基体上に堆積膜を形成する堆積膜形成方法において、円筒状基体の表面での堆積速度を、放電電極と対向する面での堆積速度に対する、複数の円筒状基体に囲まれた中央空間の中心に向いた面での堆積速度の比が5%以上かつ30%以下となるように設定するところにある。

20

【発明の効果】

【0021】

本発明によると、電気的特性を犠牲にすることなく製造コストを下げ、歩留まりよく安定して製造し得る、堆積膜形成方法を提供することが可能である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0022】

以下、本発明の実施の形態について、図面を参照して説明する。

【0023】

まず、本発明に至った経緯について説明する。本発明者らは前記した目的を達成すべく鋭意検討を行った結果、従来の同軸型の堆積膜形成装置の考え方を捨て、複数の円筒状基体を同一円周上に等間隔に配置し、その円筒状基体を取り囲む放電電極を設置した構成の堆積膜形成装置を考えた。この堆積膜形成装置では、放電電極に高周波電力を印加して、円筒状基体と放電電極の間にグロー放電を発生させることにより、一回の成膜で多数の電子写真感光体を製造できる。この場合、成膜装置1台当たりの感光体の製造数量が大幅に増加するため、結果的に大幅なコストダウンが見込める。

30

【0024】

ところが、実際に実験を行ってみると、得られた電子写真感光体の電気特性は、何れも同軸型の堆積膜形成装置(1本取り炉)で得られた感光体より劣っており、それと同等の特性を得るのは難しいことが判明した。この原因を探るために、円筒状基体を静止した状態で成膜を行い、周方向の特性のムラを調べた。その結果、反応容器の外側に向いた面、すなわち放電電極と対向する面での堆積膜の特性は、同軸型の1本取り炉の場合と同等かそれ以上の良好な結果が得られた。しかし、反応容器の内側に向いた面、すなわち円筒状基体に囲まれた中央空間の中心に向いた面での堆積膜の特性は、同軸型の1本取り炉の場合に比べてかなり劣っていることが判明した。この堆積膜形成装置では、放電電極に高周波電力を印加しており、その放電電極の対向電極として機能しているのは内部に設置された複数の円筒状基体である。つまり、円筒状基体の、放電電極と対向する表面には十分な高周波電界が働いており、良好な膜質の堆積膜が形成される。しかし、その反対側の表面、すなわち円筒状基体に囲まれた中央空間に面する領域には、放電電極からの高周波電力が十分に働いておらず、弱電界になる。そのため、原料ガスの分解および励起が不十分になり、堆積膜の膜特性が悪化したものと想像される。

40

【0025】

50

本発明者らは、この問題を解決する方法として、円筒状基体に囲まれた空間に面する領域で堆積する堆積膜の付着量をできるだけ減らせばよいのではないかと考えた。すなわち、同一円周上に等間隔に設置された複数の円筒状基体同士の間隔を接近させ、プラズマが内側（中央空間側）に回り込まないようにすることを考えた。その結果、放電電極に対向する面での堆積速度に比べて、円筒状基体に囲まれた中央空間に面した領域での堆積速度をかなり低くすることができた。

【0026】

なお、「放電電極と対向する面での堆積速度」とは、複数の円筒状基体が周上に位置する円の中心点と円筒状基体の中心軸とを結んだ直線と、円筒状基体の、放電電極側の表面とが交わる点における堆積速度である。一方、「複数の円筒状基体に囲まれた中央空間の中心に向いた面での堆積速度」とは、前記した円の中心点と円筒状基体の中心軸とを結んだ直線と、円筒状基体の、放電電極と反対側の表面とが交わる点における堆積速度である。これは、「複数の円筒状基体に囲まれた中央空間に面した領域での堆積速度」と同じ意味であると言える。

10

【0027】

本発明では、円筒状基体の、放電電極と対向する面での堆積速度に対する、円筒状基体に囲まれた中央空間の中心に向いた面での堆積速度の比と、電子写真感光体としての特性の関係を詳細に調べた。その結果、堆積速度の比を5%以上かつ30%以下とした場合に、同軸型の1本取り炉で得られた電子写真感光体と遜色のない特性の感光体を得られることが判明した。複数の円筒状基体に囲まれた中央空間の中心に向いた面での堆積速度の堆積速度を、放電電極と対向する面での堆積速度の30%以下とすることで、特性の劣った堆積膜の膜厚を薄くして、その実質的な影響をなくすることができる。しかし、それらの堆積速度の比を5%未満にすると、回転しながら成膜される円筒状基体のうち、複数の円筒状基体に囲まれた中央空間側に向いた部分にはほとんど堆積膜が付着せず、そこに明確な界面が形成されてしまう。このことは、特に膜厚方向にキャリアを走行させる電子写真感光体の場合に、走行特性に悪影響を与え、電子写真特性を悪化させるおそれがある。よって、本発明においては、堆積速度の比率を5%以上かつ30%以下、より好ましくは8%以上かつ20%以下にすることにより、良好な結果が得られる。

20

【0028】

さらに、本発明者らは前記した構成とは逆に、複数の円筒状基体が周上に位置する円の中心に放電電極を設置した構成についても検討を行った。この場合、複数の円筒状基体によって取り囲まれた中央空間に放電を生起させることになる。この場合に得られた電子写真感光体の電気特性は、やはり同軸型の1本取り炉で得られた感光体よりも劣っていることが判明した。また、静止状態で成膜した堆積膜の周方向の特性むらは、円筒状基体の、中央空間に設置された放電電極と向き合っている部分の特性は良好であるものの、中央空間の外側に堆積した膜の膜質が劣っていることが判明した。そこで、前記したのと同様の考え方で、円筒状基体同士の間隔を狭めて外側に放電が漏れないようにして、膜質の劣っている膜が堆積しないようにした。しかしその場合にも、電子写真特性は完全には改善しなかった。

30

【0029】

この原因として、放電電極を、複数の円筒状基体に囲まれた中央空間の内部に設けた場合に、複数の円筒状基体の外側に設置した場合よりも、円筒状基体の周方向において良好な特性の膜が堆積される割合が小さいことが考えられる。それによって、円筒状基体の回転時の平均の電子写真特性の低下が起きたものと考えられる。従って、良好な特性を有する電子写真感光体を低コストで生産するという本発明の目的には、複数の円筒状基体の外側に放電電極を設置する構成を取ることが望ましいことが分かった。

40

【0030】

また、本発明は、マイクロ波プラズマCVD法やVHFプラズマCVD法といった、RF帯以外を用いたプラズマCVD法を用いた場合に比べて、RFプラズマCVD法を用いた場合に特に大きな効果が得られる。その詳細な理由は現在不明である。ただし、成膜中

50

の内圧がRFプラズマCVD法では数十Pa～数百Paであるのに対して、マイクロ波プラズマCVD法やVHFプラズマCVD法では数Paであり、この内圧の大きな相違が関係している可能性が考えられる。

【0031】

RFプラズマCVD法は、良好な特性の膜を容易に得られやすいという特徴がある反面、唯一の欠点が堆積速度が低く生産コストが高い点であった。しかし、本発明によって一度に多数の電子写真感光体を成膜できるようになることで、この欠点が解消され、製造方法としての完成度が非常に高まる。

【0032】

本発明は、以上の経緯によって完成されたものである。以下、本発明の堆積膜形成方法および堆積膜形成装置について図面を参照して詳細に説明する。図1は、複数の電子写真感光体を同時に形成できる、生産性の極めて高い本発明の堆積膜形成装置の一例を模式的に示したものである。図1(a)はその概略縦断面図、図1(b)は図1(a)のX-X線に沿って切断した概略横断面図である。

10

【0033】

本発明の堆積膜形成装置は、反応容器100と、反応容器100内部にて同一円周上に配置された複数の円筒状基体107と、原料ガス導入手段であるガス導入管106と、複数の円筒状基体107を取り囲むように設置された放電電極101を有している。そして、放電電極101に高周波電力を印加し、反応容器100内にグロー放電を発生させることにより、反応容器100内に導入された原料ガスを分解し、複数の円筒状基体107上に堆積膜を形成するものである。さらに、円筒状基体107の、放電電極101と対向する面での堆積速度に対する、複数の円筒状基体107に囲まれた中央空間111の中心に向いた面での堆積速度の比が、5%以上かつ30%以下である。

20

【0034】

この堆積膜形成装置の構成を、より詳細に説明する。反応容器100は、反応炉壁を兼ねる放電電極101とベースプレート102と上蓋103により構成され、減圧可能になっている。放電電極101とベースプレート102と上蓋103は碍子104で絶縁されている。反応容器100の内部にはガス導入管106が設置されている。ベースプレート102の下部には排気配管105が接続され、排気配管105の他端は不図示の排気装置(例えば真空ポンプ)に接続され、真空排気可能になっている。放電電極101には、整合器(マッチングボックス)110を介して高周波電源109が接続されている。

30

【0035】

反応容器100の内部には、堆積膜が形成される複数の円筒状基体107が、互いに平行に、かつ互いに近接するように、同一円周上に配置される。複数の円筒状基体107は、不図示の基体加熱用ヒーターを内蔵した回転軸108によってそれぞれ保持されている。回転軸108は不図示の駆動装置により回転可能になっている。複数の円筒状基体107は互いに近接して配置されているため、放電電極101との間で生じたグロー放電が、円筒状基体107に取り囲まれた中央空間111に回り込むことが防げる。円筒状基体107同士を接近させるほど、中央空間111側に回り込む放電は減少し、円筒状基体107の中央空間側の表面への、特性の劣った堆積膜の付着を防ぐことができる。なお、円筒状基体107同士の間隔は、堆積膜形成装置の形状や円筒状基体107のサイズおよび本数等により異なるが、概ね10mm以下で、かつ互いに接触しない距離(機械的な精度を考慮すると実用的には1mm以上)である。

40

【0036】

それによって、本発明では、放電電極101に対向する面(B位置)での堆積速度に対して、複数の円筒状基体107に囲まれた中央空間111の中心に向いた面(A位置)での堆積速度を5%以上かつ30%以下にしている。さらに、より好ましくは、この堆積速度比を8%以上かつ20%以下にする。堆積速度比がこの範囲に入るように成膜を行うことにより、同軸型の1本取り炉で得られた電子写真感光体と同等レベルの特性の感光体得られる。

50

【0037】

この堆積膜形成装置の放電電極101、ベースプレート102、および上蓋103は導電性材料から成る。導電性材料なら何でも使用できるが、アルミニウム、鉄、ステンレス、金、銀、銅、ニッケル、クロム、チタンなどの金属材料から構成する場合、加工が容易で耐久性が高く、また再利用の利便性などの点でも好ましい。また、これらの材料中の2種以上からなる複合材料なども好適に用いられる。

【0038】

本発明において用いられる高周波電力は、いかなる周波数帯でもよいが、良好な電子写真特性が得られやすいのは1MHz以上かつ20MHz以下のRF帯、代表的には13.56MHzであった。これは、分解種として良好な膜質を得やすいSiH₃が安定的に得られることや、プラズマ均一性や安定性と関係しているのであろうと推測される。また、高周波電源109は、堆積膜形成装置に適した高周波電力を発生することができればいかなるものでも好適に使用できる。さらに、高周波電源109の出力変動率には特に制限は無い。

10

【0039】

本発明で使用されるマッチングボックス110は、高周波電源109と負荷の整合を取ることができるものであればいかなる構成のものでも好適に使用できる。また、負荷の整合を取る方法としては、自動的に調整されるものが製造時の煩雑さを避けるために好適であるが、手動で調整されるものであっても本発明の効果に全く影響は無い。また、マッチングボックス110が配置される位置に関しては、負荷の整合が取れる範囲においてどこに設置してもなんら問題はない。ただし、マッチングボックス110から放電電極101までの配線のインダクタンスをできるだけ小さくするような配置とした方が、広い負荷条件で整合を取ることが可能になるため望ましい。

20

【0040】

円筒状基体107は、互いに近接して配置するために3本以上設置されるが、良好な特性の電子写真感光体を得る上では、あまり本数を多くし過ぎないことが大切である。これは、円筒状基体107の本数が増えるほど円筒状基体107に囲まれた中央空間111の体積が増加し、円筒状基体107同士の僅かな隙間からプラズマが回り込み、中央空間111の内部で放電が発生し易くなるからである。従って、本発明における円筒状基体107の設置本数は、実用的には6本以下、最適には4本以下とすることが望ましい。なお、ここで言う「設置本数」とは、言い換えれば円筒状基体107を取り付ける回転軸108の本数を意味している。例えば、円筒状基体107を2段重ねで成膜する構成の堆積膜形成装置においては、設置本数が3本の場合は、一度に2倍の6本の円筒状基体107に成膜できることになる。

30

【0041】

本発明において使用される円筒状基体107は、導電性でも電気絶縁性であってもよい。導電性の基体としては、Al, Cr, Mo, Au, In, Nb, Te, V, Ti, Pt, Pd, Fe等の金属、およびこれらの合金、例えばステンレス等が挙げられる。また、合成樹脂のフィルムまたはシートや、ガラス、セラミック等の電気絶縁性基体の、少なくとも堆積膜形成側の表面を導電処理した基体も用いることができる。合成樹脂の例としては、例えば、ポリエステル、ポリエチレン、ポリカーボネート、セルロースアセテート、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル、ポリスチレン、ポリアミド等が挙げられる。

40

【0042】

本発明において使用される円筒状基体107の形状は、平滑表面あるいは凹凸表面の円筒状、または板状無端ベルトからなる円筒状であってもよく、その厚さは、所望の電子写真感光体を形成し得るように適宜決定される。電子写真感光体としての可撓性が要求される場合には、円筒状基体107としての機能が充分発揮できる範囲内で可能な限り薄くすることができる。しかしながら一般には、製造時および取り扱い時の機械的強度等の点から、円筒状基体107の厚さは、通常は10μm以上とする。

【0043】

50

特にレーザー光などの可干渉性光を用いて画像記録を行う場合に、可視画像において現われる、いわゆる干渉縞模様による画像不良をより効果的に解消するために、円筒状基体107の表面に凹凸を設けてもよい。円筒状基体107の表面に設けられる凹凸は、特許文献2~4に記載された公知の方法により作成してもよい。また、レーザー光などの可干渉性光を用いて画像記録を行う場合の干渉縞模様による画像不良をより効果的に解消する別の方法として、円筒状基体107の表面に複数の球状痕跡窪みによる凹凸形状を設けてもよい。即ち、円筒状基体107の表面が、電子写真用光受容部材に要求される解像力よりも微少な凹凸を有し、その凹凸は複数の球状痕跡窪みによるものであってもよい。基体の表面に設けられる複数の球状痕跡窪みによる凹凸は、特許文献5に記載された公知の方法により作成してもよい。

10

【0044】

以上説明した図1の堆積膜形成装置を用いた堆積膜の形成は、例えば概略以下のようにして行われる。

【0045】

例えば旋盤を用いて表面に鏡面加工が施された複数の円筒状基体107を反応容器100内に設置し、不図示の排気装置により排気配管105を通して反応容器100内を排気する。十分に排気ができた段階で、不図示のガス供給装置からガス導入管(ガス導入手段)106を介して、加熱用の不活性ガス、例えばアルゴンを反応容器100内に導入する。そして、反応容器100内が所望の圧力になるように、加熱用ガスの流量あるいは不図示の排気装置の排気速度を調整する。続いて、不図示の基体加熱用ヒーターにより円筒状基体107を加熱し、50~500の所望の温度に制御する。

20

【0046】

円筒状基体107が所望の温度に加熱されたところで、不活性ガスを徐々に止めると同時に、成膜用の所定の原料ガスを反応容器100内に徐々に導入する。原料ガスは、例えば SiH_4 、 Si_2H_6 、 CH_4 、 C_2H_6 などの材料ガスや、 B_2H_6 、 PH_3 などのドーピングガスであり、不図示のガス供給手段により混合された後に、反応容器100内に導入される。次に、原料ガスの流量を設定流量に調節し、不図示の排気装置の排気速度を調整して反応容器100内の圧力を0.1Paから数百Paの所望の圧力にする。こうして所望の流量および圧力になったことを確認した後に、高周波電源109からマッチングボックス110を介して放電電極101へ所望の高周波電力を供給する。このときマッチングボックス110を調整し、反射波が最小となるようにし、高周波の入射電力から反射電力を差し引いた実効値を所望の値にする。この高周波電力によって、反応容器100内にグロー放電が生起する。このとき、回転軸108に取り付けられた不図示の回転手段により円筒状基体107を回転させる。

30

【0047】

放電は、円筒状基体107と放電電極101の間で生起するが、複数の円筒状基体107に囲まれた中央空間111の内部には放電は発生しないか、あるいは放電が非常に弱くなっている。これは、円筒状基体107が接近して設置されているために、放電が中央空間111の内部まで回り込みにくいからである。こうして励起して解離した分解種は円筒状基体107の外周面に堆積するが、前記したように円筒状基体107を回転させているので、円筒状基体107の全周に亘って均一な堆積膜が形成される。

40

【0048】

所望の膜厚の堆積膜形成が行なわれた後に、高周波電力の供給を止め、続いて原料ガスの供給を停止して堆積膜の形成を終える。多層構造の堆積膜を形成する場合には、同様の操作を複数回繰り返す。この場合、各層間においては、上述したように1つの層の形成が終了した時点で一旦放電を完全に停止し、次層のためのガス流量および圧力に設定が変更された後に、再度放電を生起して次層の形成を行ってもよい。あるいは、1つの層の形成を終了した後に一定時間かけて、ガス流量と圧力と高周波電力を次層のための設定値に徐々に変化させ、連続的に複数層を形成してもよい。また、各層の形成工程の間に、一旦、反応容器101内の残留ガスを充分真空引きすることで、層毎に異なるガス種を使う場合

50

の汚染を最小限に抑えることができる。

【0049】

本発明を用いることにより、例えば図2(a)~(d)に示す様々なa-Si系電子写真用光受容部材が形成可能である。

【0050】

図2(a)に示す電子写真用感光体300は、支持体301の上に、水素原子またはハロゲン原子を構成要素として含むアモルファスシリコン(a-Si:(H,X))を有し光導電性を有する光導電層302が設けられた構成である。

【0051】

図2(b)に示す電子写真用感光体300は、支持体301の上に、a-Si:(H,X)からなり光導電性を有する光導電層302と、アモルファスシリコン系またはアモルファス炭素系の表面層303が設けられた構成である。

【0052】

図2(c)に示す電子写真用感光体300は、支持体301の上に、アモルファスシリコン系の下部阻止層304と、光導電層302と、表面層303が設けられた構成である。前記したのと同様に、光導電層302はa-Si:(H,X)からなり光導電性を有し、表面層303はアモルファスシリコン系またはアモルファス炭素系の層である。

【0053】

図2(d)に示す電子写真用感光体300も、支持体301の上に、光導電層302と表面層303が設けられた構成である。この光導電層302は、a-Si:(H,X)からなる電荷発生層305および電荷輸送層306とからなり、表面層303はアモルファスシリコン系またはアモルファス炭素系の層である。

【実施例】

【0054】

以下、本発明のより具体的な実施例についてさらに詳しく説明する。しかし、本発明はこれらの実施例により何ら制限されるものではない。

【0055】

(実施例1)

本実施例では、図1に示す堆積膜形成装置に円筒状基体107(図2の支持体301に相当)として、直径30mm、長さ358mmの円筒状アルミニウムシリンダーを4本設置した。具体的には、まず、軸方向中央部に幅1cmの耐熱テープを周方向に貼り付けることにより一部分をマスクした円筒状基体107を、ベースプレート102上に4本設置した。そして、静止状態で、表1に示す光導電層302の条件で15分間成膜を行った。

【0056】

【表1】

項目	下部阻止層	光導電層	表面層
SiH ₄ (ml/min(normal))	100	200	50
H ₂ (ml/min(normal))	100	200	0
NO (ml/min(normal))	2	0	0
B ₂ H ₆ (ppm; 対SiH ₄)	2000	1.0	0
CH ₄ (ml/min(normal))	0	0	100
パワー(13.56MHz) (W)	100	200	100
内圧 (Pa)	200	200	200
膜厚 (μm)	2	25	0.5

10

20

30

40

50

【 0 0 5 7 】

成膜終了後、耐熱テープを剥がすことによって、堆積膜の付着しない部分（円筒状基体 1 0 7 の地肌が露出した部分）と、膜が堆積した部分の間に段差を形成した。この段差を利用し、後述する方法で、外側（図 1（b）の B 位置）での堆積速度と内側（図 1（b）の A 位置）での堆積速度を求め、外側の堆積速度に対する内側の堆積速度の比を調べた。このような手順に従い、円筒状基体 1 0 7 同士の間隔をさまざまに変化させながら、内側と外側の堆積速度比が 5 % 以上かつ 3 0 % 以下となる 6 条件を選び出した。

【 0 0 5 8 】

以上の準備が整った後に、上記で求めた 6 条件それぞれについて、円筒状部材 1 0 7 を 5 r p m で回転させながら表 1 に示す条件下で、下部阻止層 3 0 4、光導電層 3 0 2、および表面層 3 0 3 から成る電子写真感光体を形成した。こうして、内側と外側の堆積速度比が 5 % 以上かつ 3 0 % 以下となるようにして成膜した、6 種類の電子写真感光体を作製した。

【 0 0 5 9 】

（比較例 1）

図 1 に示す堆積膜形成装置を用い、実施例 1 と同様の手順で電子写真感光体の形成を行った。本比較例では、円筒状基体 1 0 7 の内側と外側の堆積速度比が 3 % と 4 0 % になる条件で 2 種類の電子写真感光体を作成した。

【 0 0 6 0 】

（実施例 1 と比較例 1 の評価）

実施例 1 と比較例 1 で作製した a - S i 電子写真感光体について、下記の方法で評価を行った。

【 0 0 6 1 】

（堆積速度比）

静止状態で成膜した円筒状基体 1 0 7 の表面上の、堆積膜が堆積した部分と付着しない部分（円筒状基体 1 0 7 の地肌が露出した部分）との段差を利用して、堆積膜の膜厚を測定した。測定は、ケーエルエー・テンコール株式会社製アルファステップ 5 0 0（商品名）を用いて、以下に記す測定条件で行った。

測定条件

- ・測定環境：気温 2 5、湿度 6 0 %、1 気圧
- ・スタイラス先端径：5 μ m
- ・スタイラス押し当て圧：8 m g
- ・スキャン長さ：4 0 0 μ m
- ・スキャンスピード：5 0 μ m / s e c
- ・スキャン方法：連続移動
- ・データサンプリングレート：5 0 H z
- ・水平分解能：1 μ m
- ・垂直分解能：0 . 1 n m
- ・短波長カットオフフィルタ：1 2 . 5 μ m
- ・長波長カットオフフィルタ：O F F

この測定条件で、予め、標準試験片で較正を行った。標準試験片として、V L S I スタンド株式会社製 Step Height Standard モデルナンバー：S H S - 9 4 0 0 Q C（商品名）を用いた。アルファステップ 5 0 0 のキャリブレーションモードで、標準試験片の較正された段差を測定し、較正値を入力することでキャリブレーションファクターが決定される。キャリブレーションを行っておくことによって、容易に正しく膜厚を測定することが可能になる。その他の具体的な操作や測定作業は、すべてアルファステップ 5 0 0 付属の取扱説明書（Alpha Step 500 User's Manual 1994年10月、Software Version 1.7）の記載に従って行った。

【 0 0 6 2 】

次に、前記した測定条件下でアルファステップ 5 0 0 を用いて、円筒状基体 1 0 7 の中

中央部の膜が堆積している部分から、円筒状基体 107 が露出している部分へ触針をスキャンして膜厚を測定した。測定は 5 回行い、その平均値を求めた。こうして得られた膜厚を成膜時間で割ることで堆積速度を求めることができる。

【0063】

このようにして、円筒状基体 107 の軸方向中央部において、放電電極と対向する面（B 位置）での堆積速度と、複数の円筒状基体 107 に囲まれた中央空間 111 の中心に対して面（A 位置）での堆積速度を求めた。そして、前者で後者を割ることによって堆積速度比を求めた。その結果、前記した通り、実施例 1 で作製した 6 つの電子写真感光体の堆積速度比は 5 % 以上かつ 30 % 以下の範囲であり、比較例 1 で作製した 2 つの電子写真感光体の堆積速度比はそれぞれ 3 % と 40 % であったことが確認された。

10

【0064】

（帯電能）

実施例 1 および比較例 1 にて作製した電子写真感光体を電子写真装置にセットし、主帯電器に一定の電流（例えば 800 μ A）を流し、現像器位置にセットした表面電位計の電位センサーにより暗部電位を測定した。したがって、暗部電位が大きいほど帯電能が良好である。本実施例では、電子写真装置として、キヤノン株式会社製複写機 GP55（商品名）を実験用に改造したものをを用い、表面電位計として、米国のトレック・インコーポレーテッド社製 Model 344（商品名）を用いた。なお、帯電能測定は感光体の母線方向中央部で行った。この帯電能の評価結果は、比較例 1 の堆積速度比 40 % の感光体の結果を基準として、表 2 に以下の記号にて示している。

20

... 20 % 以上の良化

~ ... 15 % 以上 20 % 未満の良化

... 10 % 以上 15 % 未満の良化

~ ... 5 % 以上 10 % 未満の良化

... 5 % 未満の良化

× ... 悪化

【0065】

【表 2】

	比較例 1	実施例 1						比較例 1
		3%	5%	8%	15%	20%	25%	
堆積速度比	3%	5%	8%	15%	20%	25%	30%	40%
基体間間隔	0.8mm	1mm	2mm	4mm	6mm	8mm	10mm	12mm
帯電能	△	○	◎	◎	◎	○	○	△
感度	△	○	◎	◎	◎	○	○	△
残留電位	△	○	◎	◎	◎	○	○	△
光メモリー	△	○	◎	◎	◎	○	○	△

30

40

【0066】

（感度）

前記した電子写真装置において、現像器位置での暗部電位が一定値（例えば 450 V）となるように主帯電器への電流を調整した後に、原稿として反射濃度 0.1 以下の所定の白紙を用いて感度を求めた。具体的には、現像器位置での明部電位が所定の値（例えば 50 V）となるように像露光（波長 655 nm の半導体レーザー）を調整した際の像露光量によって感度を評価した。したがって、像露光量が少ないほど感度が良好である。なお、感度測定は感光体の母線方向の中央部で行った。この感度の評価結果は、比較例 1 の堆積速度比 40 % の感光体の結果を基準として、前記した表 2 に以下の記号にて示している。

50

- ... 20%以上の良化
- ~ ... 15%以上20%未満の良化
- ... 10%以上15%未満の良化
- ~ ... 5%以上10%未満の良化
- ... 5%未満の良化

× ... 悪化

(残留電位)

電子写真感光体を一定の暗部表面電位(例えば450V)に帯電させ、直ちに一定光量の像露光(波長655nmの半導体レーザー)の比較的強い光(例えば1.5μJ)を照射した。この時、表面電位計により電子写真感光体の母線方向の中央部の明部表面電位を測定した。したがって、明部電位が小さいほど残留電位が良好である。この残留電位の評価結果は、比較例1の堆積速度比40%の感光体の結果を基準として、前記した表2に以下の記号にて示している。

10

- ... 40%以上の良化
- ~ ... 30%以上40%未満の良化
- ... 20%以上30%未満の良化
- ~ ... 10%以上20%未満の良化
- ... 10%未満の良化

× ... 悪化

(光メモリー)

現像器位置における暗部電位が所定の値(例えば450V)となるように主帯電器の電流値を調整した後、所定の白紙を原稿とした際の明部電位が所定の値(例えば50V)となるよう像露光光量を調整した。そして、縦297mm、幅80mmの白紙原稿に、反射濃度1.1、直径5mmの黒丸を貼り付けたゴーストチャートを原稿台の左端に置き、その上にA3の反射濃度0.3の中間調チャートを重ねて置いてコピーを行った。このコピー画像において、中間調コピー上に認められるゴーストチャートの直径5mmの黒丸の反射濃度と、中間調部分の反射濃度との差を測定することにより、光メモリーの評価を行った。したがって、数値が小さいほど光メモリーは良好である。なお、光メモリーの測定は、感光体の軸方向の中央部で行った。この光メモリーの評価結果は、この帯電能の評価結果は、比較例1の堆積速度比40%の感光体の結果を基準として、前記した表2に以下の記号にて示している。

20

- ... 40%以上の良化
- ~ ... 30%以上40%未満の良化
- ... 20%以上30%未満の良化
- ~ ... 10%以上20%未満の良化
- ... 10%未満の良化

× ... 悪化

表2から実施例1と比較例1の評価結果を見ると、堆積速度比を5%以上かつ30%以下とすることによって電子写真感光体の特性が改善することが判明した。また、堆積速度比を8%以上かつ20%以下とすることで、さらに良好な特性が得られることも判明した。

40

【0067】

(実施例2)

本実施例では、図1に示す堆積膜形成装置に類似しているが6本の円筒状基体107を処理可能な堆積膜形成装置(図3(c)参照)を用いた。この堆積膜形成装置は図1に示されているものと比べて、円筒状基体107および回転軸108の数のみが異なり、それ以外の構成は同じであるので、同じ符号を付与し説明を省略する。本実施例では、円筒状基体107として直径30mm、長さ358mmの円筒状アルミニウムシリンダーを6本設置した。

【0068】

50

本実施例においても、実施例 1 と同様に、軸方向中央部の一部分をマスクした円筒状基体 107 に対し、静止状態で、表 3 に示す光導電層 302 の条件で 15 分間成膜を行った。

【0069】

【表 3】

項目	下部阻止層	光導電層	表面層
SiH ₄ (ml/min(normal))	200	200	50
H ₂ (ml/min(normal))	0	1000	0
NO (ml/min(normal))	5	0	0
B ₂ H ₆ (ppm; 対 SiH ₄)	1500	2.0	0
CH ₄ (ml/min(normal))	0	0	200
パワー(3MHz) (W)	300	600	200
内圧 (Pa)	100	100	100
膜厚 (μm)	5	30	0.5

10

【0070】

そして、実施例 1 と同様の手順により、円筒状基体 107 の外側での堆積速度に対する内側での堆積速度の比を調べた。このような手順に従い、円筒状基体 107 同士の間隔をさまざまに変化させながら、外側と内側の堆積速度比が 20% となるような条件（円筒状基体 107 同士の間隔）を求めた。

20

【0071】

以上の準備が整った後に、円筒状部材を 1rpm で回転させながら表 3 に示す条件下で、下部阻止層 304、光導電層 302、および表面層 303 から成る電子写真感光体を形成した。この時、前記した条件に従って、外側と内側の堆積速度比が 20% となるようにした。

【0072】

（比較例 2）

本比較例で用いた堆積膜形成装置は、図 4 に示すように、6本の円筒状基体 507 に囲まれた中央空間の中心に放電電極 511 を有し、6本の円筒状基体 507 の外側に、放電電極ではなく単なる円筒状の外壁 501 を有している。この外壁 501 の内部には排気配管 505 およびガス導入管 506 が設置され、外壁 501 の外側には、放電電極 511 に接続された高周波電源 509 およびマッチングボックス 510 が設置されている。

30

【0073】

本比較例において、円筒状基体 507 としては、直径 30mm、長さ 358mm の円筒状アルミニウムシリンダーを用いた。この堆積膜形成装置では、プラズマ放電は円筒状基体 507 に囲まれた中央空間内で励起するため、円筒状基体 507 の、内側の表面の堆積速度が高く、外側の面の堆積速度は低くなっている。本比較例では、実施例 2 と同様に、外側と内側の堆積速度比が 20% である電子写真感光体を作製した。

40

【0074】

（実施例 2 と比較例 2 の評価）

実施例 2 と比較例 2 で作製した電子写真感光体について、実施例 1 および比較例 1 と同様の方法で特性（帯電能、感度、残留電位、光メモリー）の評価を行った。それらの結果を、表 2 と同様の表示方法で表 4 に示した。

【0075】

【表 4】

	実施例 2	比較例 2
堆積速度比	20%	20%
基体間間隔	4mm	4mm
帯電能	◎	○～◎
感度	◎	○～◎
残留電位	◎	○～◎
光メモリー	◎	○～◎
堆積速度	140%	100%

10

【0076】

表 4 によると、円筒状基体の外側に放電電極を設置した場合の方が、円筒状基体 107 の内側に放電電極を設置した場合よりも、特性が優れていることが分かる。

20

【0077】

(実施例 3)

本実施例では、図 1 に示す堆積膜形成装置に類似しているが 3 本の円筒状基体 107 を処理可能な堆積膜形成装置 (図 3 (a) 参照) を用いた。この堆積膜形成装置は図 1 に示されているものと比べて、円筒状基体 107 および回転軸 108 の数のみが異なり、それ以外の構成は同じであるので、同じ符号を付与し説明を省略する。本実施例では、円筒状基体 107 として直径 30 mm、長さ 358 mm の円筒状アルミニウムシリンダーを 3 本設置した。円筒状基体 107 同士の間隔は 1 mm に設定した。本実施例においても、実施例 1 と同様に、軸方向中央部の一部分をマスクした円筒状基体 107 に対し、静止状態で、表 5 に示す光導電層 302 の条件で 15 分間成膜を行った。そして、実施例 1 と同様の手順により、円筒状基体 107 の外側での堆積速度に対する内側での堆積速度の比を調べた。

30

【0078】

【表 5】

項目	下部阻止層	光導電層	表面層
SiH ₄ (ml/min(normal))	50	50	5
H ₂ (ml/min(normal))	0	0	0
NO (ml/min(normal))	2	0	0
B ₂ H ₆ (ppm; 対 SiH ₄)	500	0.5	0
CH ₄ (ml/min(normal))	0	0	200
パワー(20MHz) (W)	70	200	50
内圧 (Pa)	50	50	50
膜厚 (μm)	5	30	0.5

40

【0079】

50

以上の準備が整った後に、円筒状部材を 3 r p m で回転させながら表 5 に示す条件下で、下部阻止層 3 0 4、光導電層 3 0 2、および表面層 3 0 3 から成る電子写真感光体を形成した。

【 0 0 8 0 】

(実施例 4)

図 1 に示す堆積膜形成装置に、円筒状基体 1 0 7 として直径 3 0 m m、長さ 3 5 8 m m の円筒状アルミニウムシリンダーを 4 本設置した。円筒状基体 1 0 7 同士の間隔は 1 m m に設定した。本実施例においても、実施例 1 と同様に、軸方向中央部の一部分をマスクした円筒状基体 1 0 7 に対し、静止状態で、表 6 に示す光導電層 3 0 2 の条件で 1 5 分間成膜を行った。そして、実施例 1 と同様の手順により、円筒状基体 1 0 7 の外側での堆積速度に対する内側での堆積速度の比を調べた。

10

【 0 0 8 1 】

【表 6】

項目	下部阻止層	光導電層	表面層
SiH ₄ (ml/min(normal))	65	65	6
H ₂ (ml/min(normal))	0	0	0
NO (ml/min(normal))	3	0	0
B ₂ H ₆ (ppm; 対 SiH ₄)	500	0.5	0
CH ₄ (ml/min(normal))	0	0	200
パワー(20MHz) (W)	90	250	60
内圧 (Pa)	50	50	50
膜厚 (μm)	5	30	0.5

20

【 0 0 8 2 】

以上の準備が整った後に、円筒状部材を 3 r p m で回転させながら表 6 に示す条件下で、下部阻止層 3 0 4、光導電層 3 0 2、および表面層 3 0 3 から成る電子写真感光体を形成した。

30

【 0 0 8 3 】

(実施例 5)

本実施例では、図 1 に示す堆積膜形成装置に類似しているが 5 本の円筒状基体 1 0 7 を処理可能な堆積膜形成装置 (図 3 (b) 参照) を用いた。この堆積膜形成装置は図 1 に示されているものと比べて、円筒状基体 1 0 7 および回転軸 1 0 8 の数のみが異なり、それ以外の構成は同じであるので、同じ符号を付与し説明を省略する。本実施例では、円筒状基体 1 0 7 として直径 3 0 m m、長さ 3 5 8 m m の円筒状アルミニウムシリンダーを 5 本設置した。円筒状基体 1 0 7 同士の間隔は 1 m m に設定した。本実施例においても、実施例 1 と同様に、軸方向中央部の一部分をマスクした円筒状基体 1 0 7 に対し、静止状態で、表 7 に示す光導電層 3 0 2 の条件で 1 5 分間成膜を行った。そして、実施例 1 と同様の手順により、円筒状基体 1 0 7 の外側での堆積速度に対する内側での堆積速度の比を調べた。

40

【 0 0 8 4 】

【表 7】

項目	下部阻止層	光導電層	表面層
SiH ₄ (ml/min(normal))	80	80	8
H ₂ (ml/min(normal))	0	0	0
NO (ml/min(normal))	3	0	0
B ₂ H ₆ (ppm; 対 SiH ₄)	500	0.5	0
CH ₄ (ml/min(normal))	0	0	300
パワー(20MHz) (W)	120	300	80
内圧 (Pa)	50	50	50
膜厚 (μm)	5	30	0.5

10

【0085】

以上の準備が整った後に、円筒状部材を 3 r p m で回転させながら表 7 に示す条件下で、下部阻止層 304、光導電層 302、および表面層 303 から成る電子写真感光体を形成した。

20

【0086】

(実施例 6)

本実施例では、図 1 に示す堆積膜形成装置に類似しているが 6 本の円筒状基体 107 を処理可能な堆積膜形成装置(図 3(c)参照)を用いた。この堆積膜形成装置は図 1 に示されているものと比べて、円筒状基体 107 および回転軸 108 の数のみが異なり、それ以外の構成は同じであるので、同じ符号を付与し説明を省略する。本実施例では、円筒状基体 107 として直径 30 mm、長さ 358 mm の円筒状アルミニウムシリンダーを 6 本設置した。円筒状基体 107 同士の間隔は 1 mm に設定した。本実施例においても、実施例 1 と同様に、軸方向中央部の一部分をマスクした円筒状基体 107 に対し、静止状態で、表 8 に示す光導電層 302 の条件で 15 分間成膜を行った。そして、実施例 1 と同様の手順により、円筒状基体 107 の外側での堆積速度に対する内側での堆積速度の比を調べた。

30

【0087】

【表 8】

項目	下部阻止層	光導電層	表面層
SiH ₄ (ml/min(normal))	100	100	10
H ₂ (ml/min(normal))	0	0	0
NO (ml/min(normal))	4	0	0
B ₂ H ₆ (ppm; 対 SiH ₄)	500	0.5	0
CH ₄ (ml/min(normal))	0	0	400
パワー(20MHz) (W)	14	400	100
内圧 (Pa)	50	50	50
膜厚 (μm)	5	30	0.5

40

【0088】

50

以上の準備が整った後に、円筒状部材を 3 r p m で回転させながら表 8 に示す条件下で、下部阻止層 3 0 4、光導電層 3 0 2、および表面層 3 0 3 から成る電子写真感光体を形成した。

【 0 0 8 9 】

(実施例 7)

本実施例では、図 1 に示す堆積膜形成装置に類似しているが 7 本の円筒状基体 1 0 7 を処理可能な堆積膜形成装置 (図 3 (d) 参照) を用いた。この堆積膜形成装置は図 1 に示されているものと比べて、円筒状基体 1 0 7 および回転軸 1 0 8 の数のみが異なり、それ以外の構成は同じであるので、同じ符号を付与し説明を省略する。本実施例では、円筒状基体 1 0 7 として直径 3 0 m m、長さ 3 5 8 m m の円筒状アルミニウムシリンダーを 7 本設置した。円筒状基体 1 0 7 同士の間隔は 1 m m に設定した。本実施例においても、実施例 1 と同様に、軸方向中央部の一部分をマスクした円筒状基体 1 0 7 に対し、静止状態で、表 9 に示す光導電層 3 0 2 の条件で 1 5 分間成膜を行った。そして、実施例 1 と同様の手順により、円筒状基体 1 0 7 の外側での堆積速度に対する内側での堆積速度の比を調べた。

10

【 0 0 9 0 】

【 表 9 】

項目	下部阻止層	光導電層	表面層
SiH ₄ (ml/min(normal))	120	120	12
H ₂ (ml/min(normal))	0	0	0
NO (ml/min(normal))	5	0	0
B ₂ H ₆ (ppm; 対 SiH ₄)	500	0.5	0
CH ₄ (ml/min(normal))	0	0	460
パワー(20MHz) (W)	160	460	120
内圧 (Pa)	50	50	50
膜厚 (μm)	5	30	0.5

20

30

【 0 0 9 1 】

以上の準備が整った後に、円筒状部材を 3 r p m で回転させながら表 9 に示す条件下で、下部阻止層 3 0 4、光導電層 3 0 2、および表面層 3 0 3 から成る電子写真感光体を形成した。

【 0 0 9 2 】

(実施例 3 ~ 7 の評価)

実施例 3 ~ 7 で作製した電子写真感光体について、実施例 1 と同様の方法で特性 (堆積速度、帯電能、感度、残留電位、光メモリー) の評価を行い、その結果を表 1 0 に示している。

40

【 0 0 9 3 】

【表 1 0】

	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	実施例 7
基体本数	3 本	4 本	5 本	6 本	7 本
堆積速度比	5%	10%	15%	20%	30%
基体間間隔	1mm	1mm	1mm	1mm	1mm
帯電能	◎	◎	○～◎	○～◎	○
感度	◎	◎	○～◎	○～◎	○
残留電位	◎	◎	○～◎	○～◎	○
光メモリー	◎	◎	○～◎	○～◎	○

10

【0 0 9 4】

表 1 0 から明らかなように、堆積膜形成装置 1 つ当たりの円筒状基体の本数を 3 ～ 7 本の範囲で変化させても、何れの場合にも良好な結果が得られたが、中でも 4 本以下にすることが特に効果的であった。

【0 0 9 5】

20

(実施例 8)

本実施例では、図 1 に示す堆積膜形成装置と実質的に同一であるが、高周波電源 1 0 9 として 1 3 . 5 6 M H z の R F 電源を有する堆積膜形成装置を用いた。この堆積膜形成装置は図 1 に示されているものと比べて、高周波電源 1 0 9 以外の構成は同じであるので、同じ符号を付与し説明を省略する。本実施例では、円筒状基体 1 0 7 として直径 3 0 m m 、長さ 3 5 8 m m の円筒状アルミニウムシリンダーを 4 本設置した。本実施例においても、実施例 1 と同様に、軸方向中央部の一部分をマスクした円筒状基体 1 0 7 に対し、静止状態で、表 1 1 に示す光導電層 3 0 2 の条件で 1 5 分間成膜を行った。そして、実施例 1 と同様の手順により、円筒状基体 1 0 7 の外側での堆積速度に対する内側での堆積速度の比を調べた。このような手順に従い、円筒状基体 1 0 7 同士の間隔をさまざまに変化させながら、外側と内側の堆積速度比が 5 % 以上かつ 3 0 % 以下となるような 5 条件 (円筒状基体 1 0 7 同士の間隔) を求めた。

30

【0 0 9 6】

【表 1 1】

項目	下部阻止層	光導電層	表面層
SiH ₄ (ml/min(normal))	100	140	10
He (ml/min(normal))	600	600	400
B ₂ H ₆ (ppm; 対 SiH ₄)	3000	2.5	0
CH ₄ (ml/min(normal))	300	140	800
パワー(13.56MHz) (W)	200	400	120
内圧 (Pa)	150	150	150
膜厚 (μm)	3	25	0.5

40

【0 0 9 7】

以上の準備が整った後に、円筒状部材を 1 0 r p m で回転させながら表 1 1 に示す条件

50

下で、下部阻止層 304、光導電層 302、および表面層 303 から成る電子写真感光体を形成した。この時、前記した条件に従って、外側と内側の堆積速度比が 5 ~ 30 % となるようにした、5 種類の電子写真感光体を作製した。

【0098】

(比較例 3)

図 1 に示す堆積膜形成装置を用い、実施例 8 と同様の手順で電子写真感光体の形成を行った。本比較例では、円筒状基体 107 の内側と外側の堆積速度比が 40 % になる条件で電子写真感光体を作成した。

【0099】

(実施例 9)

本実施例では、図 1 に示す堆積膜形成装置と実質的に同一であるが、高周波電源 109 として 105 MHz の VHF 電源を有する堆積膜形成装置を用いた。この堆積膜形成装置は図 1 に示されているものと比べて、高周波電源 109 以外の構成は同じであるので、同じ符号を付与し説明を省略する。本実施例では、円筒状基体 107 として直径 30 mm、長さ 358 mm の円筒状アルミニウムシリンダーを 4 本設置した。本実施例においても、実施例 1 と同様に、軸方向中央部の一部分をマスクした円筒状基体 107 に対し、静止状態で、表 12 に示す光導電層 302 の条件で 15 分間成膜を行った。そして、実施例 1 と同様の手順により、円筒状基体 107 の外側での堆積速度に対する内側での堆積速度の比を調べた。このような手順に従い、円筒状基体 107 同士の間隔をさまざまに変化させながら、外側と内側の堆積速度比が 5 % 以上かつ 30 % 以下となるような 5 条件 (円筒状基体 107 同士の間隔) を求めた。

【0100】

【表 12】

項目	下部阻止層	光導電層	表面層
SiH ₄ (ml/min(normal))	50	70	5
He (ml/min(normal))	300	500	200
B ₂ H ₆ (ppm; 対 SiH ₄)	3000	2.5	0
CH ₄ (ml/min(normal))	150	70	200
パワー(105MHz) (W)	1000	1600	1200
内圧 (Pa)	1	1	1
膜厚 (μm)	3	25	0.5

【0101】

以上の準備が整った後に、円筒状部材を 10 rpm で回転させながら表 12 に示す条件下で、下部阻止層 304、光導電層 302、および表面層 303 から成る電子写真感光体を形成した。この時、前記した条件に従って、外側と内側の堆積速度比が 5 % 以上かつ 30 % 以下となるようにした、5 種類の電子写真感光体を作製した。

【0102】

(比較例 4)

図 1 に示す堆積膜形成装置を用い、実施例 9 と同様の手順で電子写真感光体の形成を行った。本比較例では、円筒状基体 107 の内側と外側の堆積速度比が 40 % になる条件で電子写真感光体を作成した。

【0103】

(実施例 8, 9 および比較例 3, 4 の評価)

実施例 8 および比較例 3 で作製した電子写真感光体と、実施例 9 および比較例 4 で作製

10

20

30

40

50

した電子写真感光体について、実施例 1 と同様の方法で特性（堆積速度、帯電能、感度、残留電位、光メモリー）の評価を行い、その結果を表 1 3、1 4 にそれぞれ示している。

【 0 1 0 4 】

【 表 1 3 】

RF電源 を使用		実施例 7					比較例 3
	堆積速度比	5%	8%	10%	20%	30%	40%
	基体間隔	1mm	2mm	4mm	6mm	10mm	12mm
帯電能	○	◎	◎	◎	◎	○	△
感度	○	◎	◎	◎	◎	○	△
残留電位	○	◎	◎	◎	◎	○	△
光メモリー	○	◎	◎	◎	◎	○	△

10

【 0 1 0 5 】

【 表 1 4 】

VHF 電源を 使用		実施例 8					比較例 4
	堆積速度比	5%	8%	15%	20%	30%	40%
	基体間隔	1mm	2mm	4mm	6mm	10mm	12mm
帯電能	△～○	○	○	○	○	△～○	△
感度	△～○	○	○	○	○	△～○	△
残留電位	△～○	○	○	○	○	△～○	△
光メモリー	△～○	○	○	○	○	△～○	△

20

30

【 0 1 0 6 】

表 1 3 , 1 4 から明らかなように、本発明は、堆積膜形成装置において RF 帯の高周波電源 1 0 9 を用いた場合に特に著しい効果を得ることができる。

【 図面の簡単な説明 】

【 0 1 0 7 】

【 図 1 】 (a) は本発明の堆積膜形成装置の一例を示す模式的な縦断面図、(b) はその模式的な横断面図である。

【 図 2 】 (a) ~ (d) は、本発明に基づいて形成される電子写真感光体の層構成の様々な例を示す模式的な拡大図である。

40

【 図 3 】 (a) ~ (d) は、本発明の堆積膜形成装置の様々な変形例を示す模式的な横断面図である。

【 図 4 】 堆積膜形成装置の比較例を示す模式的な横断面図である。

【 図 5 】 堆積膜形成装置の従来例を示す模式的な縦断面図である。

【 符号の説明 】

【 0 1 0 8 】

1 0 0 反応容器

1 0 1 放電電極

1 0 6 ガス導入管（原料ガス導入手段）

50

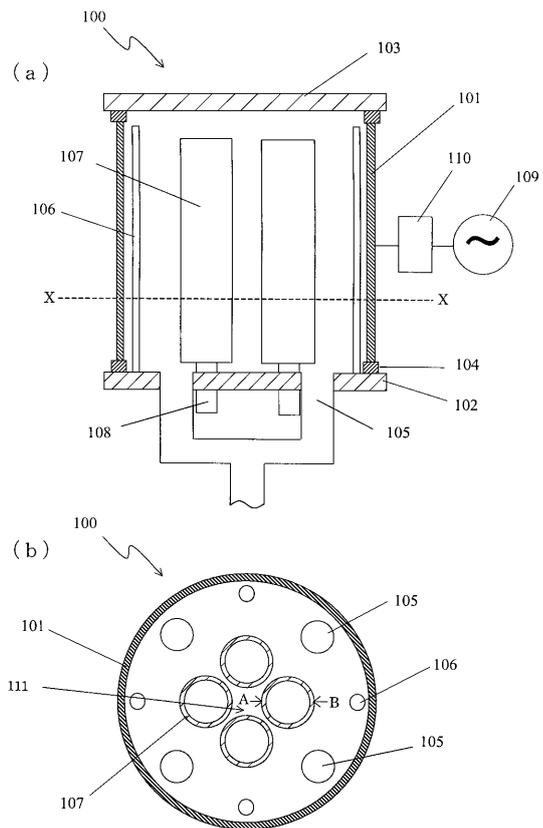
1 0 7 円筒状基体

1 1 1 中央空間

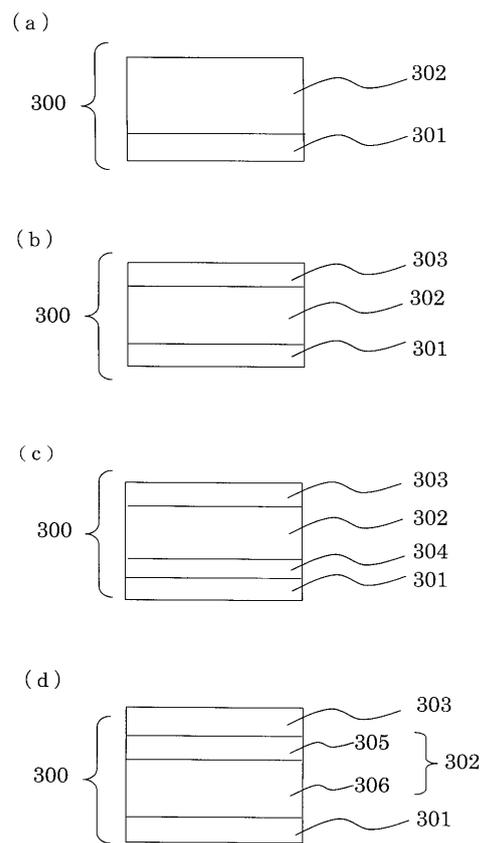
A 複数の円筒状基体に囲まれた中央空間の中心に向いた面を示す位置

B 放電電極に対向する面を示す位置

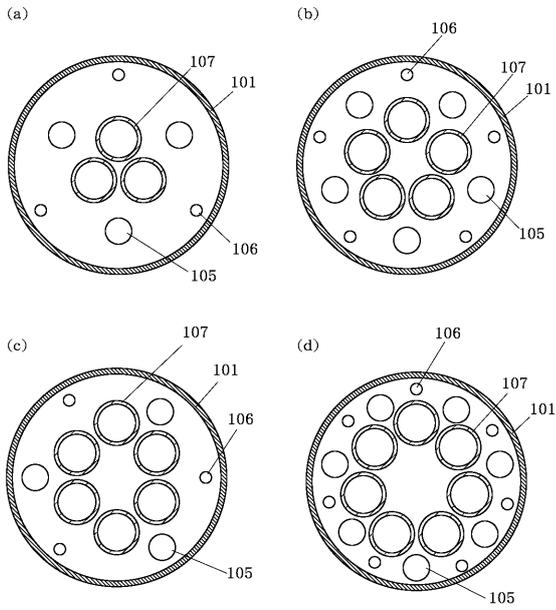
【 図 1 】



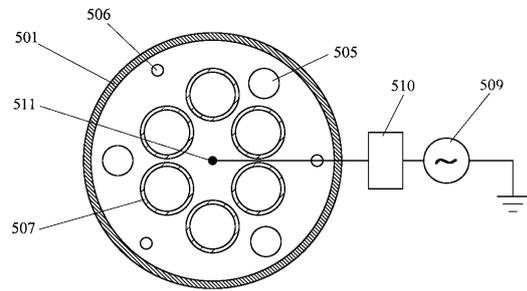
【 図 2 】



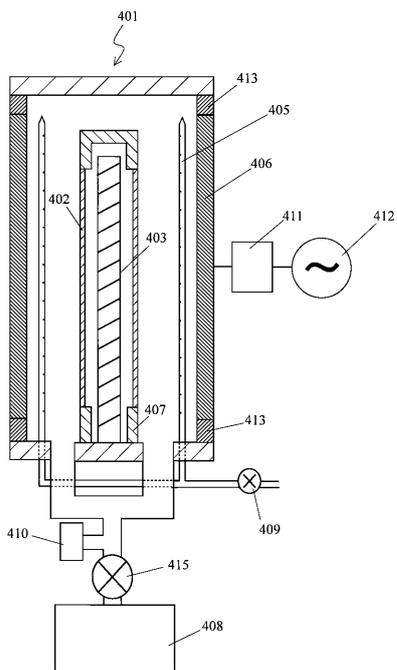
【 図 3 】



【 図 4 】



【 図 5 】



フロントページの続き

(72)発明者 岡村 竜次

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

Fターム(参考) 2H068 DA00 EA24 EA34 EA36

4K030 AA06 AA14 AA17 BA30 CA02 CA16 FA01 GA02 GA06 JA18

KA16 LA17