

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 2 部門第 1 区分

【発行日】平成 24 年 9 月 27 日 (2012.9.27)

【公開番号】特開 2011-41901 (P2011-41901A)

【公開日】平成 23 年 3 月 3 日 (2011.3.3)

【年通号数】公開・登録公報 2011-009

【出願番号】特願 2009-191484 (P2009-191484)

【国際特許分類】

B 0 5 C 3/09 (2006.01)

G 0 3 G 5/00 (2006.01)

G 0 3 G 5/10 (2006.01)

G 0 3 G 5/02 (2006.01)

【F I】

B 0 5 C 3/09

G 0 3 G 5/00 1 0 1

G 0 3 G 5/10 B

G 0 3 G 5/02 1 0 1 F

【手続補正書】

【提出日】平成 24 年 8 月 10 日 (2012.8.10)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

円筒状基体を浸漬可能な洗浄槽、前記円筒状基体の円筒軸が鉛直となる状態で前記円筒状基体の上部内面を保持しながら前記洗浄槽へ昇降させる第 1 の搬送手段、および前記洗浄槽の中で前記円筒状基体を載置して昇降させる第 2 の搬送手段を具備し、前記第 1 の搬送手段と前記第 2 の搬送手段との間で前記円筒状基体の受け渡しを行う洗浄装置であって、

前記第 2 の搬送手段が前記円筒状基体の下端を稜線部分で支持する形状の載置台を有し、前記第 1 の搬送手段と前記第 2 の搬送手段との間で前記円筒状基体の受け渡しを行う位置は、前記載置台の載置面が洗浄液の液面より上に上昇した位置となることを特徴とする円筒状基体の洗浄装置。

【請求項 2】

前記載置台が、さらに前記円筒状基体の水平方向の位置を決める位置決めガイドを有し、

前記位置決めガイドの下部の稜線部分と前記円筒状基体が稜線接触する請求項 1 に記載の円筒状基体の洗浄装置。

【請求項 3】

前記第 2 の搬送手段が、異なる径の円筒状基体を載置可能な載置台を具備する請求項 1 または 2 に記載の円筒状基体の洗浄装置。

【請求項 4】

前記第 2 の搬送手段の上昇速度が 2 mm / 秒以上 50 mm / 秒以下である請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の円筒状基体の洗浄装置。

【請求項 5】

前記洗浄装置は、洗浄後の前記円筒状基体を収納する収納部をさらに具備し、前記洗浄

槽からの引き上げ工程後に、前記第 1 の搬送手段が前記円筒状基体を 20 秒以上保持した後に、前記円筒状基体を前記収納部へ収納する請求項 1 ～ 4 のいずれか 1 項に記載の円筒状基体の洗浄装置。

【請求項 6】

請求項 1 ～ 5 のいずれか 1 項に記載の円筒状基体の洗浄装置を使用する円筒状基体の洗浄方法であって、前記第 1 の搬送手段と前記第 2 の搬送手段との間で前記円筒状基体の受け渡しを、前記載置台の載置面が洗浄液の液面より上に上昇した位置で行うことを特徴とする円筒状基体の洗浄方法。

【請求項 7】

請求項 6 の円筒状基体の洗浄方法を用いて円筒状基体を洗浄する工程、および、洗浄した前記円筒状基体の上に非単結晶堆積膜を形成する工程を有することを特徴とする電子写真感光体の製造方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【発明の詳細な説明】

【発明の名称】円筒状基体の洗浄装置、円筒状基体の洗浄方法および電子写真感光体の製造方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、円筒状基体の洗浄装置、円筒状基体の洗浄方法および電子写真感光体の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

電子写真感光体の堆積膜を形成するための円筒状基体の材料としては、ガラス、耐熱性合成樹脂、ステンレス、アルミニウムなどが提案されている。しかしながら、実用的には帯電、露光、現像、転写、クリーニングといった電子写真プロセスに耐え、また画質を落とさないために常に位置精度を高く保つため、金属を使用する場合が多い。中でもアルミニウムは加工性が良好で、コストが低く、重量が軽い点から電子写真感光体の円筒状基体として最適な材料の 1 つである。

そして、必要に応じて、旋盤、フライス盤等を用いたダイヤモンドバイト切削により電子写真感光体の円筒状基体の部分を所定範囲内の平面度に表面加工する。

【0003】

表面加工を施した前記円筒状基体については、表面加工の際に付着した油の除去を行う脱脂工程、腐食防止の膜を生成するリンス工程、二酸化炭素を溶解した水溶液を用いた乾燥工程などの一連の洗浄を行うことが提案されている。

アルミニウム合金からなる円筒状基体を洗浄する場合において、腐食防止技術として、二酸化炭素を溶解した水により円筒状基体を洗浄する技術についての提案がなされている。また、洗浄槽内の搬送手段と洗浄槽外での搬送手段による受け渡しが開示されている（特許文献 1 参照）。さらに、複数のノズルから噴出される洗浄液による洗浄および洗浄槽内における円筒状基体の移動について提案されている（特許文献 2 参照）。また、洗浄装置における円筒状基体の載置台の形状について、シミや付着物の観点からテーパ面への載置が提案されている（特許文献 3 参照）。

【0004】

そして、円筒状基体にこのような表面加工や一連の洗浄工程を行った後に、円筒状基体の表面にはグロー放電分解法に代表されるプラズマ成膜法や各種堆積膜形成法によって、光導電部材の堆積膜が形成される。

電子写真感光体に用いられる光導電部材の材料としては、従来からセレン、硫化カドミ

ニウム、酸化亜鉛、アモルファスシリコン、フタロシアニン等の有機物など各種の材料が提案されている。中でも、アモルファスシリコンに代表されるケイ素原子を主成分として含む非単結晶堆積膜がある。例えば水素および（または）ハロゲン（例えばフッ素、塩素等）で補償されたアモルファスシリコン等のアモルファス堆積膜は高性能、高耐久性、無公害の感光体として提案され、その幾つかは実用に付されている。

【 0 0 0 5 】

前記特許文献 2 には光導電層を主としてアモルファスシリコンで形成した電子写真感光体の技術が開示されている。

そして、こうしたケイ素（シリコン）原子を主成分として含む非単結晶堆積膜の形成方法として従来、スパッタリング法、熱により原料ガスを分解する方法（熱 CVD 法）が知られている。また、光により原料ガスを分解する方法（光 CVD 法）、プラズマにより原料ガスを分解する方法（プラズマ CVD 法）が知られている。

プラズマ CVD 法、すなわち、直流、高周波またはマイクロ波グロー放電等によって発生するプラズマを用いて原料ガスを分解し、円筒状基体の表面に薄膜状の堆積膜を形成する方法は、電子写真感光体用アモルファスシリコン堆積膜の形成方法に最適である。現在、実用化が進んでいる。

【 0 0 0 6 】

ところで、従来技術の電子写真感光体では、堆積膜中に異常成長の部分、言い替えれば微小な面積の表面電荷の乗らない部分に起因する画像欠陥が存在していた。この異常成長部分は特にアモルファスシリコンのようなプラズマ CVD 法で堆積膜を形成した電子写真感光体に特に顕著に存在する。

上記の感光体の製造工程で発生する堆積膜の異常成長部分とは次のようなものである。アモルファスシリコン膜は円筒状基体の表面に数 μm オーダーのダストが付着した場合、成膜中にそのダストを核として異常成長、いわゆる「球状突起」が成長してしまうという性質を持っている。球状突起はダストを起点とした円錐形を逆転させた形をしており、正常堆積部分と球状突起部分の界面では局在準位が非常に多いために低抵抗化し、帯電電荷が界面を通して円筒状基体側に抜けてしまう。このため、球状突起のある部分は、画像上ではベタ黒画像で白い点となって現れる（反転現象の場合はベタ白画像に黒い点となって現れる）。このいわゆる「ボチ」と呼ばれる画像欠陥は年々規格が厳しくなっており、大きさによっては A3 用紙に数個存在していても不良として扱われることがある。さらには、カラー複写機に搭載される場合にはさらに規格は厳しくなり、A3 用紙に 1 個存在していても不良となる場合がある。

【 0 0 0 7 】

これらの問題に対して従来は、円筒状基体の表面加工条件、洗浄条件および堆積条件の最適化を行うことでそれらの異常成長部分の数を減らしていた。また従来は現像時の解像力が現在ほど高く要求されていなかったため、実用上大きな問題とはならなかった。

また、従来はコピーまたはプリントの用途として、活字だけの原稿（いわゆるラインコピー）をコピーすることが中心であった。そのため、これらの画像欠陥は実用上顕著に目立つというものではなかった。しかし、近年のように写真などのハーフトーンを含む原稿が多くコピーまたはプリントされるようになると、複写機またはプリンターの画質のさらなる向上が要求されるようになった。特に、近來普及してきたカラー複写機またはカラープリンターにおいては、画質がより改善されることが望ましい。

【 0 0 0 8 】

このような状況下で、電荷の乗らない微小な部分が画像欠陥として指摘されるようになってきた。これらの状況の中で、洗浄工程で発生する端部のシミや洗浄の際に残留した付着物によって発生する欠陥が問題となってきている。そして、生産工程で行われる外観検査や画像検査で問題となり、歩留まりを悪化させる場合があるため改善されることが望まれている。

【 先行技術文献 】

【 特許文献 】

【 0 0 0 9 】

【特許文献 1】特開平 6 - 2 7 3 9 5 5 号公報

【特許文献 2】特開 2 0 0 0 - 1 6 2 7 8 9 号公報

【特許文献 3】特開平 0 3 - 1 5 4 6 7 9 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 1 0 】

しかしながら、上記の従来技術の洗浄方法では、洗浄液が入った洗浄槽からの引き上げ、引き上げ乾燥の際の搬送において、円筒状基体が振動することで、シミが発生する場合があった。また、円筒状基体と洗浄装置における載置台との接触部分周辺において、洗浄液や付着物が残留したり、液面から離れる際に発生する液垂れや飛散によってシミや欠陥になる場合があった。さらに、洗浄が終了した後に、円筒状基体の下端部に残留する液体が多い場合に、乾燥工程後も乾燥が不十分になり、その状態で保管されることで前記下端部にシミが発生する場合があった。

【 0 0 1 1 】

従って、本発明の目的は、不十分な洗浄に起因するシミの発生を抑制し、付着物の残留を低減することのできる円筒状基体の洗浄装置、円筒状基体の洗浄方法およびそれを用いた電子写真感光体の製造方法を提供することにある。さらに本発明の目的は、上述のごとき従来の電子写真感光体の製造方法での諸問題を改善することで歩留まりをよくし、安価な電子写真感光体の製造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 1 2 】

上記の目的は以下の洗浄装置、洗浄方法および電子写真感光体の製造方法によって達成される。

本発明は、円筒状基体を浸漬可能な洗浄槽、前記円筒状基体の円筒軸が鉛直となる状態で前記円筒状基体の上部内面を保持しながら前記洗浄槽へ昇降させる第 1 の搬送手段、および前記洗浄槽の中で前記円筒状基体を載置して昇降させる第 2 の搬送手段を具備し、前記第 1 の搬送手段と前記第 2 の搬送手段との間で前記円筒状基体の受け渡しを行う洗浄装置であって、前記第 2 の搬送手段が、前記円筒状基体の下端を稜線部分で支持する形状の載置台を有し、前記第 1 の搬送手段と前記第 2 の搬送手段との間で前記円筒状基体の受け渡しを行う位置は、前記載置台の載置面が洗浄液の液面より上に上昇した位置となる円筒状基体洗浄装置であることを第 1 の特徴とする洗浄装置に関する。

また、本発明は、円筒状基体を浸漬可能な洗浄槽、前記円筒状基体の円筒軸が鉛直となる状態で前記円筒状基体の上部内面を保持しながら前記洗浄槽へ昇降させる第 1 の搬送手段、および前記洗浄槽の中で前記円筒状基体を載置して昇降させる第 2 の搬送手段を具備し、前記第 1 の搬送手段と前記第 2 の搬送手段との間で前記円筒状基体の受け渡しを行う洗浄装置を使用する円筒状基体の洗浄方法であって、

前記第 1 の搬送手段と前記第 2 の搬送手段との間で前記円筒状基体の受け渡しを、前記載置台の載置面が洗浄液の液面より上に上昇した位置で行うことを第 2 の特徴とする円筒状基体の洗浄方法に関する。

また、本発明は、第 2 の特徴を備える円筒状基体の洗浄方法を用いて円筒状基体を洗浄する工程、および、洗浄した前記円筒状基体の上に非単結晶堆積膜を形成する工程を有することを第 3 の特徴とする電子写真感光体の製造方法に関する。

【発明の効果】

【 0 0 1 3 】

以上説明したように本発明の洗浄方法および洗浄装置により、円筒状基体のシミの発生を抑制し、付着物の残留を低減することができる。また、本発明の洗浄方法および洗浄装置を用いた電子写真感光体の製造方法により、電子写真感光体の製造の歩留まりが良化し、電子写真感光体が安価に製造できるようになる。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 1 4 】

【図 1】本発明の洗浄装置の一実施形態を示す概略図

【図 2】本発明に用いることができる円筒状基体を半径方向に稜線支持する載置台の一実施形態を示す概略図

【図 3】本発明に用いることができる円筒状基体の水平方向の位置を決める位置決めガイドを有し位置決めガイドの下部の稜線部分と円筒状基体が稜線接触する載置台の一実施形態を示す概略図

【図 4】本発明に用いることができる円筒状基体の水平方向の位置を決める位置決めガイドを有し位置決めガイドの下部の稜線部分と円筒状基体が稜線接触する載置台の一実施形態を示す概略図

【図 5】本発明に用いることができる異なる径の円筒状基体を稜線支持する載置台の一実施形態を示す概略図

【図 6】本発明の受け渡し位置および搬出ストッカーへの搬出動作の概略図

【図 7】電子写真感光体に用いられる層構成の断面図

【図 8】本発明のプラズマ CVD による堆積膜形成装置の一実施形態を示す概略図

【図 9】比較例 1 に用いた載置台の概略図

【発明を実施するための形態】

【 0 0 1 5 】

以下、本発明の実施の形態について、詳細に説明する。

< 円筒状基体 >

まず、本実施の形態で用いられる円筒状基体は、例えばアルミニウム合金製シリンダー等であるが、これは、円筒状基体の洗浄装置で処理される前に例えば表面を鏡面切削されることがある。鏡面切削の具体的な方法を以下にまとめて述べる。まず、精密切削用のエアダンパー付き旋盤に、ダイヤモンドバイト（商品名：ミラクルバイト、東京ダイヤモンド製）を、シリンダー中心角に対して 5° のすくい角を得るようにセットする。ついで、この旋盤の回転フランジに、円筒状基体を真空チャックする。そして、付設したノズルから白燈油噴霧、同じく付設した真空ノズルから切り粉の吸引を併用しつつ、周速 1000 m / 分、送り速度 0.01 mm / R の条件で目的の外径となるように鏡面切削を施す。

このように切削が終了した円筒状基体は洗浄装置に搬送される。なお、本発明で使用される円筒状基体は必ずしも上述の鏡面切削処理があらかじめなされている必要はない。

【 0 0 1 6 】

< 洗浄装置 >

次に、上述した円筒状基体の表面を洗浄する洗浄装置について図 1 を用いて説明する。

図 1 は本発明において用いられる洗浄装置を側方から模式的にあらわした図である。

洗浄装置は、大きく分けて、処理部 102 と円筒状基体の搬送機構 103 より構成されている。

処理部 102 は、昇降台 104、円筒状基体の投入台 111、脱脂槽 121、リンス槽 131、濯ぎ槽 141、乾燥槽 151、円筒状基体搬出ストッカー 171 よりなっている。脱脂槽 121、リンス槽 131、濯ぎ槽 141、乾燥槽 151 を総称して、洗浄槽とも言う。

昇降台 104 は、円筒状基体 101 を昇降させる第 2 の搬送手段として、載置台 105 および昇降機構 106 とで構成され、各槽に取り付けられている。

各槽の深さは、長尺型の円筒状基体を立たせて槽に収容しても液面が円筒状基体の最上部より上になる深さである。つまり、円筒状基体の円筒軸が鉛直となる状態で円筒状基体を浸漬可能な深さである。各槽は互いに離間して設置されている。また、各槽の液はそれぞれの槽毎に用いられ、他の槽においては用いられない。脱脂槽 121、リンス槽 131、濯ぎ槽 141、乾燥槽 151 とともに液の温度をそれぞれ一定に保つための温度調節装置（図示せず）が付いている。各槽に収容される液を、各槽の目的毎にその成分あるいは温度を異ならせた状態で使用できる。また脱脂槽 121、リンス層 131 には脱脂効果および付着物の再付着を防止し皮膜形成効果を上げるための超音波振動子（図示せず）が取り付け

けられている。また脱脂槽 121、濯ぎ槽 141 にはそれぞれ円筒状基体を引き上げる際に円筒状基体の表面にシャワーするためのノズル 181、182 が取り付けられている。

【0017】

また脱脂槽 121、リンス槽 131、濯ぎ槽 141、および乾燥槽 151 はそれぞれ液を収容するための液収容空間 197 となる容器と、オーバーフローした液を回収するための液回収空間 196 となる容器とから構成されている。さらに各槽は液を液収容空間 197 へ供給し且つその液収容空間 197 から回収するための循環経路を設けている。循環経路は、オーバーフローライン 191、貯槽 192、循環ポンプ 193 から構成されている。例えば液を槽に供給する際の流量を増量する場合に液収容空間 197 からオーバーフローした液は各槽 121、131、141、151 上部の液回収空間 196 からオーバーフローライン 191 を介して貯槽 192 に貯えられる。オーバーフローライン 191 は液回収空間 196 となる容器の下方に接続している。貯槽 192 に貯えられた液は循環ポンプ 193 によって再び各槽 121、131、141、151 の下部から供給される。このとき液の供給量を流量調節手段であるバルブ付きのバイパスライン 195 を用いて調節して、液を槽に再び供給する前にフィルター 194 を用いて屑等の粒子を各槽毎に回収する。例えば液の循環量を増やす場合は、バイパスライン 195 をとじる。そして反対に液の循環量を減らす場合はバイパスライン 195 をひらく。そして循環量を一定にする場合はバイパスライン 195 のラインの開放量を一定に設定する。またこのとき不図示の成分調整手段を設けることで回収されて再び槽に供給される液体の成分を調整することもできる。また、オーバーフローした液が液回収空間 196 に回収されている間、油やハロゲン化合物等が円筒状基体 101 に再付着することなく円筒状基体 101 を液収容空間 197 から引き上げることができる。これは、液回収空間 196 に回収されたオーバーフローした液の液面の位置が、液収容空間 197 の開口部 198 の位置よりも常に下となるように液回収空間 196 が設けられているからである。

搬送機構 103 は、搬送レール 163 と第 1 の搬送手段としての搬送アーム 161 より構成されている。また、搬送アーム 161 は、レール 163 上を移動する移動機構 164、円筒状基体 101 の上部内面を保持するためにアームを径方向に開閉するチャッキング機構 162 を持つ。さらに、円筒状基体 101 を昇降台 104 と受け渡しを行うために、搬送アーム 161 を上下させるためのエアシリンダー 165 が設けられている。

【0018】

< 載置台 >

また、本発明の特徴である第 2 の搬送手段である上述の昇降台 104 を構成している載置台 105 の形状について例を挙げて詳細に説明する。

図 2 は、本発明に用いられる載置台 105 の例として、円筒状基体を稜線部分で支持（以下、「稜線支持」とも言う。）する形状の載置台を示したものである。

円筒状基体を面支持せずに稜線支持することで、円筒状基体の下端と載置台の接触面積を小さくすることができる。これによって、引き上げ工程において載置台が液面より上へ上昇した際に、円筒状基体の下端と載置台の間に残留する洗浄液を減少させて、乾燥した際のシミを抑制できる。

なお、本発明の稜線支持方向は円筒状基体の半径方向とされる。これは、円筒状基体の内外面に付着した洗浄液が半径方向に位置した稜線支持部分を伝わって載置台に流れ落ち液切れがよくなるためである。

【0019】

さらに、図 3 の載置台は円筒状基体の水平方向の位置を決める位置決めガイドを有している。そして、図 4 に示すように位置決めガイド 304 の下部の稜線部分 305 と円筒状基体 301 が稜線接触する。

これは洗浄液から引き上げた際に円筒状基体の内面と稜線接触されていることで、円筒状基体の内面の洗浄液が稜線部分 305 を伝わって速やかに円筒状基体の下端方向へ流れる。そして、載置部分の稜線 302 を伝わって円筒状基体から洗浄液が効率的に除去される。これによって洗浄液の残留により発生するシミを抑制する効果がさらに得られる。

【 0 0 2 0 】

また、図 5 は、本発明に用いられる載置台 1 0 5 の例として、異なる径の円筒状基体を稜線支持する載置台を示したものである。

これは異なる径の円筒状基体を同一の洗浄装置で洗浄できるため、効率化とコストの削減が可能となる。

そして、前述の稜線支持の載置台と同様に稜線部分を伝わって洗浄液が効率的に除去され、かつ接触面積を小さくすることで、円筒状基体の下端と載置台の間に残留する洗浄液を減少させて乾燥した際のシミを抑制できる。

以上が、本発明における実施形態の洗浄装置の構成の一例である。

【 0 0 2 1 】

< 洗浄工程動作 >

次に、本発明の特徴である洗浄装置内の動作について以下に示す。

まず、洗浄装置内における動作の特徴の 1 つは、円筒状基体を第 1 の搬送手段である図 6 の搬送アーム 6 6 1 と前述の載置台 6 0 5 を持つ第 2 の搬送手段である昇降台 6 0 4 との間で、載置台 6 0 5 の載置面が洗浄槽の液面より上となる位置で受け渡しを行うことである。「載置面」とは、図 4 に示した稜線 3 0 2 が含まれる平面である。

この動作の 1 つ目の目的は、受け渡しのときにおけるシミの発生を抑制することである。これは、引き上げる工程では、液槽内から円筒状基体を一定速度で引き上げることが重要であり、円筒状基体の一部が液槽内にある状態での受け渡しでは、第 1 と第 2 の搬送手段間の速度差や受け渡しのときの振動や遅延によりシミが発生するためである。

また、この動作の 2 つ目の目的は、搬送手段からの液垂れや円筒状基体が液面から離れる際の飛散を抑制することである。これは、液槽内に第 1 の搬送手段の搬送アーム 6 6 1 を直接浸漬して引き上げる方法では、搬送アーム 6 6 1 からの液垂れが発生しシミの発生原因となる場合があるためである。また搬送アーム 6 6 1 のみで引き上げた場合、円筒状基体の下端が液面から離れる際に液の飛散が発生し、これが円筒状基体に付着してシミの原因となる場合がある。

【 0 0 2 2 】

そして、円筒状基体を稜線支持とする載置台を併せて用いることで、円筒状基体の下端および内面の洗浄液を速やかに除去でき、残留する洗浄液が原因で発生するシミを抑制する効果が得られる。

また、図 1 に示す第 1 の搬送手段である搬送アーム 6 6 1 をあらかじめ受け渡し位置に待機するように配置することで受け渡しの際に、搬送アーム 6 6 1 が受け渡し位置まで移動する時間を待つ必要がなくなる。結果として搬送時間を短縮できる効果が得られる。また、第 2 の搬送手段である昇降台 6 0 4 の載置台 6 0 5 と円筒状基体が接している時間が短縮されるため、昇降台 6 0 4 の載置台 6 0 5 の接触部分に残留する液によるシミを抑制する効果が得られるため好ましい。

そして、図 1 に示す第 2 の搬送手段である昇降台 6 0 5 の上昇速度を $2 \text{ mm} / \text{秒}$ 以上 $50 \text{ mm} / \text{秒}$ 以下にすることがより好ましい。これは、上昇速度が速すぎる場合には洗浄液の残留によるシミの発生を十分に抑制する効果が得られない場合があるためである。また、上昇速度が遅すぎる場合には腐食の発生が十分に抑制する効果が得られない場合があるためである。

【 0 0 2 3 】

さらに、洗浄槽からの引き上げ工程後に、図 6 に示すように、第 1 の搬送手段である搬送アーム 6 6 1 が 20 秒 以上円筒状基体を保持した後に、収納部である搬出ストッカー 6 7 1 に収納することがさらに好ましい。円筒状基体 6 0 1 が搬出ストッカー 6 7 1 に収納される前に、例えば図 6 の点線 6 7 2 の位置で保持されることで、円筒状基体自体の余熱によって、残留した洗浄液を乾燥させることができる。このことによって、その後搬出ストッカー 6 7 1 に収納することで円筒状基体の下端に残った洗浄液が再付着することによるシミの発生を防止する効果がさらに得られる。

また、図 1 の構成のように第 1 の搬送手段が複数の洗浄槽間で円筒状基体を移動させる

ことである。これによって、連続的かつ効率的に搬送を行うことができ、時間短縮や外部からの付着物による汚染を防止する効果が得られる。

そして、以上の動作を特徴とする円筒状基体の上に堆積膜（非単結晶堆積膜など）を成膜する成膜工程の前に行う洗浄の実施形態としては、前述の構成の洗浄装置を用いて次のような洗浄工程を行う。まず、円筒状基体の表面を脱脂洗浄する脱脂洗浄工程、円筒状基体の表面に皮膜形成を行うリンス工程、円筒状基体の表面を濯ぐ濯ぎ工程、そして円筒状基体の表面を乾燥する乾燥工程の順で処理する。

【 0 0 2 4 】

以下に実際の洗浄装置内での動作の流れの一例を詳細に説明する。

まず、投入台 1 1 1 の上に置かれた円筒状基体 1 0 1 の上方に、搬送機構 1 0 3 の搬送アーム 1 6 1 が移動機構 1 6 4 により移動し、エアーシリンダー 1 6 5 により搬送アーム 1 6 1 を下降させ、チャッキング機構 1 6 2 により円筒状基体 1 0 1 がチャッキングされる。

チャッキングされた円筒状基体 1 0 1 は、エアーシリンダー 1 6 5 により搬送アーム 1 6 1 と共に上昇させられ、搬送レール 1 6 3 によって水平方向に移動させられ、脱脂槽 1 2 1 の上方まで搬送される。

そして、搬送アーム 1 6 1 を下降させ、脱脂槽 1 2 1 の中の昇降台 1 0 4 により液面上に上昇させた載置台 1 0 5 に円筒状基体 1 0 1 を載置する。載置した後に、チャッキング機構 1 6 2 を解除して搬送アーム 1 6 1 を上昇させると同時に載置台 1 0 5 を下降させ、脱脂洗浄工程が行われる。

【 0 0 2 5 】

脱脂槽 1 2 1 の中には界面活性剤を純水中に溶解させた水 1 2 2 が入っており、その中で円筒状基体 1 0 1 を超音波洗浄して表面に付着している塵、油脂等を円筒状基体 1 0 1 から分離させて洗浄する。その後に、脱脂槽 1 2 1 の中の昇降台 1 0 4 によって円筒状基体 1 0 1 を上昇させる。このとき円筒状基体 1 0 1 が引き上げられる前後の循環流量は異なる。また、上昇する際には、シャワーノズル 1 8 1 によって円筒状基体 1 0 1 に向かって付着物を分離した水洗浄剤 1 2 2 をシャワーする。

そして、昇降台 1 0 4 の載置台の載置面が脱脂槽 1 2 1 の液面より上昇した位置で、時間短縮と洗浄液の残留を抑制するためにあらかじめ下降させ配置しておいた搬送アーム 1 6 1 のチャッキング機構 1 6 2 で円筒状基体 1 0 1 がチャッキングされる。その後に、上下動機構であるエアーシリンダー 1 6 5 により引き上げられる。

【 0 0 2 6 】

次に、脱脂洗浄工程を終了した円筒状基体 1 0 1 はリンス工程に至るため、搬送機構 1 0 3 の搬送レール 1 6 3 に沿ってリンス槽 1 3 1 の上方へ運ばれる。そして、脱脂槽 1 2 1 の際と同様にリンス槽 1 3 1 の液面上に上昇している載置台 1 0 5 に載置される。載置された後に、昇降台 1 0 4 を下降させ、円筒状基体 1 0 1 をリンス槽に浸漬させる。リンス槽 1 3 1 には 2 5 ～ 3 0 の温度に保たれたケイ酸塩を純水中に溶解させた水 1 2 3 が入っておりそこで円筒状基体の表面に皮膜形成を行う。また必要に応じて超音波を併用し、付着物が円筒状基体に付着することを防ぐ。

そして、昇降台 1 0 4 の載置台の載置面がリンス槽 1 3 1 の液面より上昇した位置で、時間短縮と洗浄液の残留を抑制するため、あらかじめ下降させ配置しておいた搬送アーム 1 6 1 のチャッキング機構 1 6 2 で円筒状基体 1 0 1 がチャッキングされる。その後に、上下動機構であるエアーシリンダー 1 6 5 により引き上げられる。

【 0 0 2 7 】

その後、リンス洗浄を終了した円筒状基体 1 0 1 は、搬送機構 1 0 3 により次の濯ぎ工程である濯ぎ槽 1 4 1 の上方へ運ばれる。そして、前述の 2 工程と同様に濯ぎ槽 1 4 1 の液面上に上昇している載置台 1 0 5 に載置される。載置された後に、昇降台 1 0 4 を下降させ、円筒状基体 1 0 1 を濯ぎ槽 1 4 1 に浸漬させる。濯ぎ槽 1 4 1 の中には 2 5 の温度に保たれた純水 1 2 4 が入っており、そこで円筒状基体 1 0 1 を濯ぎ洗浄する。純水 1 2 4 は工業用導電率計（商品名： 9 0 0 R / C、堀場製作所製）により一定にその純

度が制御されている。その後必要に応じ円筒状基体 101 を昇降台により上下動させ濯ぎ洗浄する。その後、脱脂工程と同様に昇降台 104 で円筒状基体 101 を上昇させながら、シャワーノズル 182 から円筒状基体 101 に向かって純水 124 をシャワーする。

そして、昇降台 104 の載置台の載置面が濯ぎ槽 141 の液面より上昇した位置で、時間短縮と洗浄液の残留を抑制するため、あらかじめ下降させ配置しておいた搬送アーム 161 のチャッキング機構 162 で円筒状基体 101 がチャッキングされる。その後に、上下動機構であるエアシリンダー 165 により引き上げられる。

【0028】

最後に、濯ぎ工程が終了した円筒状基体 101 は乾燥工程を行うために搬送機構 103 により乾燥槽 151 へ運ばれる。そして、前述の 3 工程と同様に乾燥槽 151 の液面のの上に上昇している載置台 105 に載置される。載置された後に、昇降台 104 を下降させ、円筒状基体 101 を乾燥槽 151 の中の温純水 125 に浸漬させる。乾燥槽 151 には、50 の温度に保たれた温純水 125 が入っており、温純水 125 は工業用導電率計（商品名：900R/C、堀場製作所製）により純度が一定に制御されている。

そして、円筒状基体 101 は昇降台 104 と搬送アーム 161 によって温純水 125 から引き上げられ、引き上げ乾燥をする。

【0029】

この際、円筒状基体 101 の下端のシミ、付着物を低減するために前述の動作の特徴に示した動作を行う。まず、図 6 に示す第 2 の搬送手段である昇降台 604 によって 2 mm / 秒以上 60 mm / 秒以下の上昇速度で円筒状基体 601 を乾燥槽の中から液面 607 の上まで移動させる。次に、あらかじめ下降して待機していた第 1 の搬送手段である搬送アーム 661 と第 2 の搬送手段である昇降台 604 との間での円筒状基体 601 の受け渡しを行う。当然、受け渡し位置は、載置台 605 の載置面が液面 607 より上昇した位置となる。

そして、円筒状基体 601 をチャッキング機構 662 によりチャッキングした後に搬送アーム 661 を上昇させ、円筒状基体 601 を移動機構 664 により搬出ストッカー 671 の上方に運ぶ。

最後に、端部のシミを抑制するために搬出ストッカー 671 の上方でチャッキングした状態で円筒状基体 601 を 20 秒間保持した後、搬出ストッカー 671 に格納する。

【0030】

次に、本発明の円筒状基体の洗浄装置に適用可能な各洗浄工程の詳細について説明する。

< 脱脂工程 >

まず、脱脂工程について説明する。脱脂工程において用いられる界面活性剤は、陰イオン性界面活性剤、陽イオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤、両性界面活性剤、またはそれらの混合したもの等いずれの物でも可能である。中でも、液体（水）中がアルカリ性である場合カルボン酸塩、スルホン酸塩、硫酸エステル塩、リン酸エステル塩等の陰イオン性界面活性剤、または、脂肪酸エステル等の非イオン性界面活性剤を使用することがより好ましい。

また、脱脂工程において、界面活性剤を含む水系洗浄剤の温度が高すぎると円筒状基体の表面に液跡によるシミが発生し、堆積膜を剥れ易くしてしまう。一方、温度が低すぎると十分な脱脂効果を得ることができない。液体（水系洗浄剤）の温度の範囲としては、10 以上 60 以下、好ましくは 15 以上 50 以下、最適には 20 以上 40 以下の範囲である。

脱脂工程において、脱脂洗浄工程で用いられる単位体積中の水に含まれる界面活性剤の重量％濃度が濃すぎると液跡によるシミが発生してしまい、堆積膜の剥れ等の原因となる。一方、界面活性剤の重量％濃度が薄すぎると脱脂効果が小さくなってしまふ。本発明において用いられる単位体積中の液体（水）に含まれる界面活性剤の重量％濃度の範囲は、0.1 wt % 以上 20 wt % 以下、好ましくは 1 wt % 以上 10 wt % 以下、最適には 2 wt % 以上 8 wt % 以下の範囲である。

また、脱脂工程において、界面活性剤を含む水系洗浄剤のpHが高すぎると液跡によるシミが発生してしまい、堆積膜を剥れ易くしてしまう。一方、水系洗浄剤のpHが低すぎると脱脂効果が小さくなってしまいます。本発明において用いられる界面活性剤を含む水系洗浄剤のpH値の範囲は、8以上12.5以下、好ましくは9以上12以下、最適には10以上11.5以下の範囲である。

【0031】

< リンス工程 >

次に、リンス工程について説明する。円筒状基体の表面に皮膜形成を行うリンス工程に用いられる水に含まれるケイ酸塩の濃度が濃すぎると液跡によるシミが発生してしまい、堆積膜を剥れ易くしてしまう。一方、ケイ酸塩の濃度が薄すぎると皮膜効果が小さくなってしまいます。このため、単位体積あたりの前記水に含まれるケイ酸塩の重量%濃度の範囲は、0.05wt%以上2wt%以下、好ましくは0.1wt%以上1.5wt%以下、最適には0.2wt%以上1wt%以下の範囲である。

また、リンス工程において、アルミニウム円筒状基体上に形成される皮膜の膜厚が薄くても効果が現れず、一方、皮膜の膜厚が厚過ぎるとアルミニウム円筒状基体とその上に形成される堆積膜との導電性が下がるという弊害が出てしまう。このため、皮膜の膜厚の範囲としては5以上150以下、好ましくは10以上130以下、最適には15以上120以下の範囲である。

【0032】

リンス工程において、アルミニウム円筒状基体上に形成されるAl-Si-O皮膜の組成比としてはSiやOが少なくてもAlの成分が多く皮膜として不十分であり、一方、SiやOが多くても導電性が下がってしまうため適さない。原子組成比で、Alを1としたときにSiは0.1以上1.0以下、好ましくは0.15以上0.8以下、最適には0.2以上0.6以下が適している。

また、リンス工程では二酸化炭素を溶解させてリンス効果を向上させても良い。この際、リンス工程において二酸化炭素の溶解量は水の導電率またはpHで管理することが実用的である。導電率で管理した場合は、好ましい範囲は2μS/cm以上40μS/cm以下、さらに好ましい範囲は4μS/cm以上30μS/cm以下、最も好ましい範囲は6μS/cm以上25μS/cm以下である。pHで管理した場合は、好ましい範囲は3.8以上6.0以下、より好ましい範囲は4.0以上5.0以下である。導電率の測定は導電率計等により行い、値としては温度補正により25に換算した値を用いる。

【0033】

二酸化炭素を含む水の温度は、5以上90以下、好ましくは10以上55以下、最適には15以上40以下が本発明には適している。

二酸化炭素を水に溶解させる方法はバブリングによる方法、隔膜を用いる方法等いずれでも良い。また、本発明においては、溶質として二酸化炭素を用いるが、その理由は、溶質として例えば炭酸ナトリウム等の炭酸塩を用いた場合に起こりうる、ナトリウムイオン等の陽イオンによる円筒状基体への影響を防ぐことができる。

このようにして二酸化炭素を溶解した水を用いて円筒状基体の表面を洗浄するときは、二酸化炭素を溶解した水を導入した水槽に円筒状基体を浸漬することが基本である。そして、その際に超音波を印加したり、水流を与えたり、空気等によりバブリングを行ったりすることを併用すると本発明はさらに効果的なものとなる。

二酸化炭素を溶解した水による洗浄処理の処理時間は、10秒以上30分以下、好ましくは20秒以上20分以下、最適には30秒以上10分以下が本発明には適している。

【0034】

< 濯ぎ工程 >

次に、濯ぎ工程について説明する。濯ぎ工程はリンス工程後に純水または二酸化炭素を溶解した純水に円筒状基体を浸漬する。

また濯ぎ工程の浸漬の終了後、シャワー洗浄を行う場合、水の圧力は、強すぎると皮膜が剥がれ落ちてしまい、また、弱すぎるとリンスの効果が現れない。そのため、シャワー

する水の圧力と流量のバランスを上手く取ることが重要である。水の圧力は 4.9×10^3 (Pa) 以上 9.8×10^4 (Pa) 以下、より好ましくは 6.9×10^3 (Pa) 以上 7.8×10^4 (Pa) 以下が適している。同時に流量は 1 (l/分) 以上 20 (l/分) 以下、より好ましくは 3 (l/分) 以上 16 (l/分) 以下が本発明には適している。このとき、例えば図 1 に示すパソコン等の制御手段 180 によって水の圧力と流量をコントロールすることも精度の高い洗浄を短時間で行えるので好ましい。あるいは制御手段 180 を用いず手で制御してもよい。

【0035】

< 乾燥工程 >

最後に、乾燥工程について説明する。乾燥工程においても、リンス工程と同様に二酸化炭素の溶解量は水の導電率または pH で管理することが実用的である。導電率で管理した場合、好ましい範囲は $5 \mu\text{S}/\text{cm}$ 以上 40 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下、さらに好ましい範囲は $6 \mu\text{S}/\text{cm}$ 以上 35 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下、最も好ましい範囲は $8 \mu\text{S}/\text{cm}$ 以上 30 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下である。pH で管理した場合、好ましい範囲は 3.8 以上 6.0 以下、さらに好ましい範囲は 4.0 以上 5.0 以下である。導電率の測定は導電率計等により行い、値としては温度補正により 25 に換算した値を用いる。

なお二酸化炭素を溶解させる水の純度、二酸化炭素を溶解させる溶解方法はリンス工程における方法と同じである。

温水の温度は、30 以上 90 以下、好ましくは 35 以上 80 以下、最適には 40 以上 70 以下が本発明には適している。

引き上げ乾燥する際の引き上げ速度は非常に重要である。乾燥によるムラを発生させないようにすることが必要で、前記引き上げ速度の好ましい範囲は 100 mm/分 以上 2000 mm/分、最適には 300 mm/分 以上 600 mm/分の以下範囲が適している。

【0036】

また、脱脂洗浄工程、リンス工程で、超音波を用いることは脱脂効果、あるいはリンス効果を出す上で有効である。超音波の周波数の範囲は、好ましくは 100 Hz 以上 10 MHz 以下、さらに好ましくは 1 kHz 以上 5 MHz 以下、最適には 10 kHz 以上 100 kHz 以下の範囲が効果的である。超音波の出力は、好ましくは 0.1 W/リットル 以上 1 kW/リットル 以下、さらに好ましくは 1 W/リットル 以上 100 W/リットル 以下が効果的である。

さらに、脱脂洗浄工程、リンス工程、濯ぎ工程、あるいは乾燥工程において用いられる水は半導体グレードの純水、特に超 LSI グレードの超純水が望ましい。具体的には、水温 25 のときの抵抗率として、下限値は 1 M \cdot cm 以上、好ましくは 3 M \cdot cm 以上、最適には 5 M \cdot cm 以上が本発明には適している。上限値は理論抵抗値 (18.25 M \cdot cm) までの何れの値でも可能であるが、コスト、生産性の面から 17 M \cdot cm 以下、好ましくは 15 M \cdot cm 以下、最適には 13 M \cdot cm 以下が本発明には適している。微粒子量としては、0.2 μm 以上が 1 ミリリットル中に 10000 個以下、好ましくは 1000 個以下、最適には 100 個以下が本発明には適している。微生物量としては、総生菌数が 1 ミリリットル中に 100 個以下、好ましくは 10 個以下、最適には 1 個以下が本発明には適している。有機物量 (TOC: Total Organic Carbon) は、1 リットル中に 10 mg 以下、好ましくは 1 mg 以下、最適には 0.2 mg 以下が本発明には適している。

上記の水質の水を得る方法としては、活性炭法、蒸留法、イオン交換法、フィルター濾過法、逆浸透法、紫外線殺菌法等があるが、これらの方法を複数組み合わせ用い、要求される水質まで高めることが望ましい。

【0037】

< 電子写真感光体 >

次に、本発明において、上述のように洗浄された円筒状基体を使用する電子写真感光体および電子写真感光体の形成方法について説明する。

まず図 7 は、本発明における電子写真感光体の実施形態の一例として、洗浄後の円筒状

基体 7 1 0 1 の表面に電荷注入阻止層 7 2 0 1、光導電層 7 2 0 2 および表面層 7 3 0 1 を順次積層した電子写真感光体 7 0 0 0 の模式図である。

それでは、図 1 を使用して電子写真感光体を構成する各層について説明する。

まず、光導電層 7 2 0 2 について説明する。光導電層 7 2 0 2 は、電子写真感光体に照射される光の波長に感度を有する材料である必要があり、ケイ素原子を含む材料が挙げられる。さらに、材質としては、ケイ素原子を母体とするアモルファス材料を含むことが好ましい。また、光導電層には、光導電性および電荷保持特性を向上させるため、水素原子や、必要に応じてハロゲン原子を含有していてもよい。光導電層中の水素原子やハロゲン原子は、ケイ素原子の未結合手に結合し、層品質の向上、特に光導電性および電荷保持特性を向上させ得る。水素原子の含有量は、特に制限はなく、露光系の波長に合わせて適宜変化させることができ、例えばケイ素原子と水素原子の和に対して 1 0 ~ 4 0 原子 % などとすることができる。また、その分布形状に関しても、露光系の波長に合わせて適宜調整することが好ましい。特に、水素原子やハロゲン原子の含有量がある程度多くすると、光学的バンドギャップが大きくなり、感度のピークが短波長側にシフトすることが知られている。

加えて、光導電層 7 2 0 2 には伝導性を制御する原子を含有させても良い。

【 0 0 3 8 】

伝導性を制御する原子としては、半導体分野における、いわゆる不純物を挙げることができる。周期表第 1 3 族に属する原子（第 1 3 族原子とも略記する）、または周期表第 1 5 族に属する原子（第 1 5 族原子とも略記する）を用いることができる。第 1 3 族原子としては、具体的には、ホウ素（B）、アルミニウム（Al）、ガリウム（Ga）、インジウム（In）、タリウム（Tl）等があり、特に B、Al、Ga が好適である。第 1 5 族原子としては、具体的には、窒素（N）、リン（P）、ヒ素（As）、アンチモン（Sb）、ビスマス（Bi）等があり、特に P、As、Sb が好適である。伝導性を制御する原子の光導電層中の含有量は、特に制限されないが、一般には 0 . 0 5 ~ 5 原子 p p m とすることができる。また、電子写真感光体の深さ方向に対して、画像露光の光が到達する範囲においては、伝導性を制御する原子を実質的に含有しない光導電層 7 2 0 2 であってもよい。

また、光導電層 7 2 0 2 は、その他、物性の制御性、作製上などの点から、ヘリウム原子、水素原子など適宜含有していてもよい。

【 0 0 3 9 】

光導電層 7 2 0 2 の層厚は所望の電子写真特性が得られることおよび製造上の効率や経済的効果等の点から適宜所望にしたがって決定され、例えば 1 0 ~ 5 0 μm 、好ましくは 1 5 ~ 4 5 μm 、より好ましくは 2 0 ~ 4 0 μm である。層厚が 1 0 μm 以上であれば、帯電能や感度等の電子写真特性が実用上充分となり、5 0 μm 以下であれば、光導電層 7 2 0 2 を効率よく製造することができる。

このような光導電層 7 2 0 2 は、電荷注入阻止層 7 2 0 1 の表面に例えばグロー放電法により作製することができる。かかるグロー放電法としては、後述する高周波プラズマ C V D 装置を用いた方法を挙げることができる。

例えば、ケイ素原子（Si）を供給し得る Si 供給用の原料ガスと、水素原子（H）を供給し得る H 供給用の原料ガスと、必要に応じてハロゲン原子（X）を供給し得る X 供給用の原料ガスとを、内部を減圧できる反応容器内に所望のガス状態で導入する。そして、反応容器内にグロー放電を生起させ、あらかじめ所定の位置に設置されてある円筒状基体の表面に a - Si : H , X からなる膜を形成する方法などを挙げることができる。

【 0 0 4 0 】

Si 供給用ガスとなり得る物質としては、 SiH_4 、 Si_2H_6 、 Si_3H_8 、 Si_4H_{10} 等のガス状態の、またはガス化し得る水素化ケイ素（シラン類）が挙げられる。層作製時の取り扱い易さ、Si 供給効率の良さ等の点から SiH_4 、 Si_2H_6 が好ましいものとして挙げられる。なお、各ガスは単独種のみでなく所定の混合比で複数種混合してもよい。そして、膜の物性の制御性、ガスの供給の利便性などを考慮し、これらのガスに

さらに、 H_2 、He および水素原子を含むケイ素化合物から選ばれる 1 種以上のガスを所望量混合して層形成することもできる。

上記ハロゲン原子供給用の原料ガスとしては、具体的には、フッ素ガス (F_2)、 BrF 、 ClF 、 ClF_3 、 BrF_3 、 BrF_5 、 IF_3 、 IF_7 等のハロゲン間化合物、 SiF_4 、 Si_2F_6 等のフッ化ケイ素を好ましいものとして挙げることができる。光導電層中に含有されるハロゲン元素の量を制御するには、例えば、円筒状基体の温度、ハロゲン元素を含有させるために使用される原料物質の反応容器内へ導入する量、放電空間の圧力、放電電力等を制御すればよい。

【0041】

また、光導電層 7202 の伝導性を制御する第 13 族原子であるホウ素原子導入用の原料物質としては、 B_2H_6 、 B_4H_{10} 、 B_5H_9 、 B_5H_{11} 、 B_6H_{10} 、 B_6H_{12} 、 B_6H_{14} 等の水素化ホウ素、 BF_3 、 BCl_3 、 BBr_3 等のハロゲン化ホウ素等が挙げられる。この他、 $AlCl_3$ 、 $GaCl_3$ 、 $Ga(CH_3)_3$ 、 $InCl_3$ 、 $TlCl_3$ 等も挙げることができる。また、第 15 族原子であるリン原子導入用の原料物質としては、 PH_3 、 P_2H_4 等の水素化リン、 PH_4I 、 PF_3 、 PF_5 、 PCl_5 、 PBr_3 、 PBr_5 、 PI_3 等のハロゲン化リンが挙げられる。

この他、 AsH_3 、 AsF_3 、 $AsCl_3$ 、 $AsBr_3$ 、 AsF_5 、 SbH_3 、 SbF_3 、 SbF_5 、 $SbCl_3$ 、 $SbCl_5$ 、 BiH_3 、 $BiCl_3$ 、 $BiBr_3$ 等も第 15 族原子導入用の原料物質として挙げることができる。

これらの伝導性を制御する原子導入用の原料物質を必要に応じて H_2 および / または He により希釈して使用してもよい。

これらの原料ガスを用いて所望の膜特性を有する光導電層を形成するには、Si 供給用、ハロゲン添加用等のガスと希釈ガスとの混合比、反応容器内のガス圧、放電電力ならびに 円筒状基体の温度を適宜設定することができる。

【0042】

希釈ガスとして使用する H_2 および / または He の流量は、層設計にしたがって適宜最適範囲が選択される。そして、Si 供給用ガスに対し、例えば 3 ~ 30 倍、好ましくは 4 ~ 15 倍、より好ましくは 5 ~ 10 倍の範囲である。

反応容器内のガス圧も同様に層設計にしたがって適宜最適範囲が選択される。例えば $1 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^3$ Pa、好ましくは $5 \times 10^{-2} \sim 5 \times 10^2$ Pa、より好ましくは $1 \times 10^{-1} \sim 2 \times 10^2$ Pa である。

放電電力もまた同様に層設計にしたがって適宜最適範囲が選択されるが、Si 供給用のガスの流量に対する放電電力の比を、 $0.5 \sim 8 \text{ W} / \{ \text{ml} / \text{min} (\text{normal}) \}$ 、好ましくは 2 ~ 6 の範囲に設定することができる。

さらに、円筒状基体の温度は、層設計にしたがって適宜最適範囲が選択されるが、例えば $100 \sim 350$ 、好ましくは $150 \sim 330$ 、より好ましくは $180 \sim 300$ である。光導電層 7202 を形成するための 円筒状基体の温度、ガス圧の望ましい数値範囲として前記した範囲が挙げられる。しかし、条件は通常は独立的に別々に決められるものではなく、所望の特性を有する光導電層を形成すべく相互的かつ有機的関連性に基づいて最適値を決めるのが好ましい。

【0043】

次に、電荷注入阻止層 7201 について説明する。電荷注入阻止層 7201 は光受容層が一定極性の帯電処理をその自由表面に受けた際、円筒状基体側より光導電層側に電荷が注入されるのを阻止する機能を有し、逆の極性の帯電処理を受けた際にはそのような機能は発揮されない。いわゆる極性依存性を有している。

そのような機能を付与するために、電荷注入阻止層 7201 には伝導性を制御する原子を光導電層 7202 に比べて多く含有させる。

該層に含有される伝導性を制御する原子は、該層中に万偏なく均一に分布されてもよいし、或いは、不均一に分布する状態で含有している部分があってもよい。

分布濃度が不均一な場合には、円筒状基体側に多く分布するように含有させるのが好適

である。しかしながら、いずれの場合にも円筒状基体の表面と平行面内方向においては、均一な分布で万偏なく含有されることが面内方向における特性の均一化をはかる点からも必要である。

【0044】

電荷注入阻止層7201に含有される伝導性を制御する原子としては、光導電層7202と同様に周期表第13族に属する原子(第13族原子とも略記する)、または周期表第15族に属する原子(第15族原子とも略記する)を用いることができる。

電荷注入阻止層7201に含有される伝導性を制御する原子の含有量としては、本発明の目的が効果的に達成できるように所望にしたがって適宜決定されることが好ましい。例えば、好ましくは $1 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^{-4}$ 原子ppm、より好ましくは $5 \times 10^{-2} \sim 5 \times 10^{-3}$ 原子ppm、最適には $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-3}$ 原子ppmとされるのが望ましい。さらに、電荷注入阻止層には、炭素原子の他に、窒素原子および酸素原子の少なくとも一種を含有させることによって、該電荷注入阻止層7201に直接接触して設けられる他の層との間の密着性の向上をより一層図ることができる。

電荷注入阻止層7201の堆積膜形成については、光導電層7202と同様の原料ガスを用いて形成できる。しかし、所望の特性を得るためにはSi供給用、ハロゲン添加用等のガスと希釈ガスとの混合比、反応容器内のガス圧、放電電力ならびに円筒状基体の温度を適宜設定することが必要である。

【0045】

次に、表面層7301について説明する。表面層7301は、アモルファスシリコン系の材料であればいずれの材質でも可能である。しかし、例えば、水素原子(H)および/またはハロゲン原子(X)を含有し、さらに炭素原子を含有するアモルファスシリコン(以下「a-SiC:H, X」とも表記する)材料も好適に用いられる。また、水素原子(H)および/またはハロゲン原子(X)を含有し、さらに酸素原子を含有するアモルファスシリコン(以下「a-SiO:H, X」とも表記する)材料も好適に用いられる。また、水素原子(H)および/またはハロゲン原子(X)を含有し、さらに窒素原子を含有するアモルファスシリコン(以下「a-SiN:H, X」とも表記する)材料も好適に用いられる。または、水素原子(H)および/またはハロゲン原子(X)を含有し、炭素原子、酸素原子、窒素原子の少なくとも一つを含有するアモルファスシリコン(以下「a-SiCON:H, X」とも表記する)等の材料も好適に用いられる。

表面層7301は真空堆積膜形成方法によって、所望特性が得られるように適宜成膜パラメータの数値条件が設定されて作成されるが、光受容部材の生産性から光導電層7202および電荷注入阻止層7201と同等の堆積法によることが好ましい。

【0046】

炭素供給用ガスとなり得る物質としては、 CH_4 , C_2H_6 , C_3H_8 , C_4H_{10} 等のガス状態の、またはガス化し得る炭化水素が有効に使用されるものとして挙げられる。さらに層作成時の取り扱い易さ、Si供給効率のよさ等の点で CH_4 , C_2H_6 が好ましいものとして挙げられる。また、これらのC供給用の原料ガスを必要に応じて例えば H_2 や、希ガスのHe, Ar, Neにより希釈して使用してもよい。

表面層7301の層厚としては、通常 $0.01 \sim 3 \mu\text{m}$ 、最適には $0.05 \sim 2 \mu\text{m}$ 、最適には $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ とされるのが望ましいものである。層厚が $0.01 \mu\text{m}$ よりも薄いと光受容部材を使用中に摩耗等の理由により表面層が失われる場合がある。また、 $3 \mu\text{m}$ を越える場合は、例えば残留電位の増加、感度の変動による電子写真特性の低下がみられる場合がある。

以上が電子写真感光体を構成する各層に求められる特性および役割である。

次に、電荷注入阻止層7201、光導電層7202、表面層7301にa-Siを採用した場合における堆積膜形成の流れについて、プラズマCVD法を例にとって説明する。

【0047】

< 堆積膜形成装置 >

図8は、本発明の電子写真感光体の製造方法に使用できる、高周波電源を用いたRFプ

ラズマCVD法による感光体を形成する堆積膜形成装置の一例の模式図である。

この装置は大別すると、反応容器8110を有する堆積形成装置8100、原料ガス供給装置8200、および、反応容器8110の中を減圧するための排気装置（図示せず）から構成されている。

反応容器8110の中にはアースに接続された円筒状基体8112、円筒状基体加熱用ヒーター8113および原料ガス導入管8114が設置される。さらにカソード電極8111には高周波マッチングボックス8115を介して高周波電源8120が接続されている。

原料ガス供給装置8200は、 SiH_4 、 H_2 、 CH_4 、 NO 、 B_2H_6 、 CF_4 等の原料ガスボンベ8221～8225、バルブ8231～8235、圧力調整器8261～8265、流入バルブ8241～8245、流出バルブ8251～8255およびマスフローコントローラー8211～8215から構成される。また各原料ガスを封入したガスのボンベは補助バルブ8260を介して反応容器8110の中の原料ガス導入管8114に接続されている。

【0048】

次にこの装置を使った堆積膜の形成方法について説明する。まず、円筒状基体8112を反応容器8110に受け台8123を介して設置する。次に、排気装置（図示せず）を運転し、反応容器8110の中を排気する。真空計8119の表示を見ながら、反応容器8110の中の圧力がたとえば1Pa以下の所定の圧力になったところで、円筒状基体加熱用ヒーター8113に電力を供給し、円筒状基体8112を例えば100 から350

の所望の温度に加熱する。このとき、ガス供給装置8200より、Ar、He等の不活性ガスを反応容器8110に供給して、不活性ガス雰囲気中で加熱を行うこともできる。次に、電子写真感光体を構成する各層、例えば電荷注入阻止層と光導電層、表面層に応じてガス供給装置8200より各堆積膜の形成に用いるガスを反応容器8110に供給する。すなわち、必要に応じバルブ8231～8235、流入バルブ8241～8245、流出バルブ8251～8255を開き、マスフローコントローラー8211～8215に流量設定を行う。各マスフローコントローラーの流量が安定したところで、真空計8119の表示を見ながらメインバルブ8118を操作し、反応容器8110の中の圧力が所望の圧力になるように調整する。所望の圧力が得られたところで高周波電源8120より高周波電力を印加すると同時に高周波マッチングボックス8115を操作し、反応容器8110の中にプラズマ放電を生起する。その後、速やかに高周波電力を所望の電力に調整し、堆積膜の形成を行う。

【0049】

そして、多層膜を形成する場合には、各層の堆積膜が所望の膜厚になった時点で高周波電力の印加を停止し、再び上記の手順を繰り返してそれぞれの層を形成すれば良い。または、連続的に高周波電力、原料ガスの種類、流量設定、円筒状基体加熱用ヒーター8113の電力、反応容器8110の中の圧力を再設定して堆積膜を形成してもよい。例えば、原料ガス流量や、圧力等を光導電層形成用の条件に一定の時間で変化させて、中間層の形成を行うこともできる。

以上のようにして、所定の層だけ堆積膜の形成が終わったところで、高周波電力の印加を停止する。そして、バルブ8231～8235、流入バルブ8241～8245、流出バルブ8251～8255、および補助バルブ8260を閉じる。そして、原料ガスの供給を終えると同時に、メインバルブ8118を開き、反応容器8110の中を1Pa以下の圧力まで排気する。

【0050】

このようにして、すべての堆積膜形成が終わった後は、メインバルブ8118を閉じ、反応容器8110の中に不活性ガスを導入し大気圧に戻した後、円筒状基体8112を取り出す。

以上がRFプラズマCVD法による堆積膜形成を用いた電子写真感光体の製造方法である。

また、本発明は、プラズマを発生させるエネルギーは、DC、RF、マイクロ波あるいはVHF帯域の波等いずれでも可能であり、電子写真感光体の製造方法として使用できる。

そして、製造された電子写真感光体は、電子写真複写機に利用するのみならず、レーザービームプリンター、CRTプリンター、LEDプリンター、液晶プリンター、レーザー製版機などの電子写真応用分野にも広く用いることができる。

【実施例】

【0051】

以下、本発明の効果を、電子写真感光体用の円筒状基体を洗浄する方法の実施例を用いて具体的に説明するが、本発明はこれらにより何ら限定されるものではない。

<実施例1>

円筒状基体としてアルミニウムよりなる直径80mm、長さ358mm、肉厚3mmの円筒状基体を得るために、前述の本発明による電子写真感光体の製造方法における手順の一例と同様の手順で表面の切削を行った。

円筒状基体を切削工程終了15分後に図1に示す本発明の洗浄装置に搬送し、表1に示す条件にて洗剤（純水＋界面活性剤）による脱脂工程およびリンス工程、濯ぎ工程、そして乾燥工程の各工程において洗浄を実施した。その際、図1に示す第1の搬送手段である搬送アーム161と第2の搬送手段である昇降台104の間での円筒状基体の受け渡しの際に、搬送アーム161はあらかじめ受け渡し位置に配置した。また、円筒状基体の受け渡しは、図6に示すように洗浄槽の液面607より上とした。また、引き上げ速度は各工程ともに10mm/秒とし、乾燥工程後、搬出ストッカー671の上で30秒待ってから搬出ストッカー671の中に収納した。

【0052】

【表1】

洗浄条件\洗浄工程	脱脂工程	リンス工程	濯ぎ工程	乾燥工程
槽中の液	純水＋界面活性剤	純水＋珪酸カリウム	純水(10MΩ・cm)	二酸化炭素水溶液 (25μS/cm)
電気伝導度	2.5mS/cm	1.5mS/cm	5μS/cm	25μS/cm
液の温度	40℃	30℃	25℃	45℃
受け渡し位置(液面基準)	上	上	上	上
引き上げ速度	10mm/秒	10mm/秒	10mm/秒	10mm/秒
処理時間	3分	2分	2分	1.5分
その他	・超音波処理 ・シャワー洗浄	・超音波処理	・シャワー洗浄	

【0053】

洗浄装置の各槽内にある図1の載置台105として、図2に示す稜線支持形状の載置台を使用した。

次に、これらの切削および洗浄を施した円筒状基体を前述の本発明による電子写真感光体の製造方法における手順の一例で示した図8の堆積膜形成装置に搬送した。

そして、堆積膜形成条件を表2の条件にして、前述の手順の一例と同様の方法で、円筒状基体上に図7に示す層構成のアモルファスシリコン堆積膜を形成し、電子写真感光体を作製した。

【0054】

【表 2】

	電荷注入阻止層	光導電層	表面層
ガス種とガス流量			
SiH ₄ [ml/min (normal)]	100	100	30
B ₂ H ₆ (ppm 対 SiH ₄)	2000	5	
NO (ml/min) [normal]	5		
CH ₄ (ml/min) [normal]			600
円筒状基体の温度(°C)	250	300	250
反応容器内の圧力(Pa)	70	70	67
高周波電力(kW)	0.1	0.8	0.5
膜厚(μm)	3	30	1

【0055】

成膜終了後に以下の評価を行った。

[外観 (外面、内面、端部シミ)]

洗浄装置による処理が終了した後、円筒状基体の外観シミについて下記の評価基準にもとづいて目視検査をした。また、 以上で本発明の効果が得られていると考える。

... 外面、内面に全くシミが無く非常に良好

... 内面に僅かにシミが認められるが外面にはなく良好

... 外面に僅かにシミが認められる

× ... 外面にはっきり認められる

【0056】

[画像欠陥]

作製した電子写真感光体について、シミと付着物を評価するために、シミや付着物によって発生する画像欠陥を評価した。作製した電子写真感光体を電子写真装置（キヤノン社製 i R 5 0 6 5 を本テスト用に改造したもの）にセットし、黒チャートを原稿台に置き、コピーしたときに得られたコピー画像の感光体の面積内にある直径 0.1 mm 以下の白点について、その数を計数した。結果を表 3 に示す。ただし、「 」は同一面積内に 0 ~ 2 個、「 」は 3 ~ 5 個、「 」は 6 ~ 10 個、また「×」は 11 個以上それぞれ存在したものを表わす。また、 以上で本発明の効果が得られていると考える。

【0057】

【表 3】

	実施例1
外観 (外面、内面、端部シミ)	○
画像欠陥	○

【0058】

< 比較例 1 >

図 1 の載置台 105 として、円筒状基体の端部を面で支持する図 9 に示す形状の載置台を用いた以外は、実施例 1 と同様の洗浄条件で円筒状基体の洗浄（脱脂工程、リンス工程、濯ぎ工程および乾燥工程）を実施した。

その後、アモルファスシリコン堆積膜を形成し、電子写真感光体を作製した。そして、実施例 1 と同様に外観（外面、内面、端部シミ）および画像欠陥の評価を実施した。結果を表 4 に示す。

【0059】

【表 4】

	比較例1
外観（外面、内面、端部シミ）	△
画像欠陥	△

【0060】

< 比較例 2 >

比較例 2 では、実施例 1 と同様に図 2 に示す稜線支持する形状の載置台を用いた。円筒状基体の受け渡し位置を載置台の載置面が図 6 に示す洗浄槽の液面 607 より下とし、円筒状基体の半分が液槽内にあるときに受け渡しを行った。それ以外は実施例 1 と同様の洗浄条件で円筒状基体の洗浄（脱脂工程、リンス工程、濯ぎ工程および乾燥工程）を実施した。そして、その後アモルファスシリコン堆積膜を形成し、電子写真感光体を作製した。また、実施例 1 同様に外観（外面、内面、端部シミ）および画像欠陥の評価を実施した。結果を表 5 に示す。

【0061】

【表 5】

	比較例2
外観（外面、内面、端部シミ）	×
画像欠陥	×

【0062】

< 実施例 2 >

実施例 2 では、洗浄装置の各槽内にある図 1 の円筒状基体の載置台 105 として、図 3 に示す円筒状基体の下端を稜線支持し、円筒状基体の内面と稜線接触する載置台を使用した。その他は、実施例 1 と同様の洗浄条件で洗浄（脱脂工程、リンス工程、濯ぎ工程および乾燥工程）を実施した。その後、アモルファスシリコン堆積膜を形成し、電子写真感光体を作製した。また、実施例 1 同様に外観（外面、内面、端部シミ）および画像欠陥の評価を実施した。結果を表 6 に示す。

【0063】

【表 6】

	実施例2
外観（外面、内面、端部シミ）	◎
画像欠陥	○

【0064】

< 実施例 3 >

実施例 3 では、円筒状基体をアルミニウムよりなる直径 108 mm、長さ 358 mm、肉厚 5 mm の円筒状基体に変更し、前述の本発明による電子写真感光体の製造方法における手順の一例と同様の手順で表面の切削を行った。

そして、洗浄装置の各槽内にある図 1 の円筒状基体の載置台 105 として、図 4 に示す稜線支持形状でかつ位置決めガイドのある載置台を使用した。その他は実施例 1 と同様の洗浄条件で洗浄（脱脂工程、リンス工程、濯ぎ工程および乾燥工程）を実施した。

その後、アモルファスシリコン堆積膜を形成し、電子写真感光体を作製した。また、実施例 1 同様に外観（端部シミ）の評価を実施し、電子写真装置をキヤノン社製 i R 105 に変更し改造したもので画像欠陥の評価を実施した。結果を表 7 に示す。

【0065】

【表 7】

	実施例3
外観（外面、内面、端部シミ）	◎
画像欠陥	○

【0066】

< 実施例 4 ~ 8 >

実施例 4 は、引き上げ速度だけ 1 mm / 秒に変更し、他の条件は実施例 2 と同様にして円筒状基体の洗浄を行い、アモルファスシリコン堆積膜を形成し、電子写真感光体を作製した。実施例 5 は、引き上げ速度だけ 2 mm / 秒に変更し、他の条件は実施例 2 と同様にして円筒状基体の洗浄を行い、アモルファスシリコン堆積膜を形成し、電子写真感光体を作製した。実施例 6 は、引き上げ速度だけ 30 mm / 秒に変更し、他の条件は実施例 2 と同様にして円筒状基体の洗浄を行い、アモルファスシリコン堆積膜を形成し、電子写真感光体を作製した。実施例 7 は、引き上げ速度だけ 50 mm / 秒に変更し、他の条件は実施例 2 と同様にして円筒状基体の洗浄を行い、アモルファスシリコン堆積膜を形成し、電子写真感光体を作製した。実施例 8 は、引き上げ速度だけ 60 mm / 秒に変更し、他の条件は実施例 2 と同様にして円筒状基体の洗浄を行い、アモルファスシリコン堆積膜を形成し、電子写真感光体を作製した。

また、実施例 1 同様に外観（端部シミ）および画像欠陥の評価を実施した。結果を表 8 に示す。

【0067】

【表 8】

	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8
引き上げ速度	1mm/s	2mm/s	30mm/s	50mm/s	60mm/s
外観（外面、内面、端部シミ）	○	◎	◎	◎	○
画像欠陥	○	○	○	○	○

【0068】

< 実施例 9 ~ 13 >

実施例 9 は、円筒状基体を図 6 の点線 672 の位置で 5 秒間保持した後に搬出ストッカーの中へ収納する以外は実施例 2 と同様の洗浄条件で円筒状基体の洗浄を実施した。また、同様に実施例 10 は 10 秒間保持、実施例 11 は 20 秒間保持、実施例 12 は 60 秒間保持、実施例 13 は 180 秒間保持した後に搬出ストッカーの中へ収納する以外は実施例 2 と同様の洗浄条件で円筒状基体の洗浄を実施した。その後、アモルファスシリコン堆積膜を形成し、電子写真感光体を作製した。また、実施例 1 と同様に外観（外面、内面、端部シミ）および画像欠陥の評価を実施した。結果を表 9 に示す。

【0069】

【表 9】

	実施例9	実施例10	実施例11	実施例12	実施例13
保持時間	5秒	10秒	20秒	60秒	180秒
外観（外面、内面、端部シミ）	○	○	◎	◎	◎
画像欠陥	○	○	○	○	○

【0070】

表 3、表 4 から明らかなように、円筒状基体を半径方向に稜線支持する載置台は、下端を面支持する載置台に対して、シミについて良好であることがわかった。また、表 3、表 5 から明らかなように、稜線支持する載置台を用いた場合でも、第 1 の搬送手段と第 2 の搬送手段による受け渡しのときに載置台の載置面の位置が液面より下の場合においては効果が得られない。したがって、稜線支持する載置台を用いて、第 1 の搬送手段と第 2 の搬送手段による受け渡しのときに載置台の載置面の位置を液面より上にすることで顕著な効

果が得られることがわかった。

また、表 3、表 6 から明らかなように、稜線支持する載置台において、円筒状基体の水平方向の位置を決める位置決めガイドを有し、位置決めガイドの下部の稜線部分と円筒状基体が稜線接触する載置台では、さらにシミについて良化することがわかった。

また、表 7 から明らかなように、異なる径の円筒状基体について載置可能とした載置台についても同様の効果があり、シミについて良化することがわかった。

また、表 6、表 8 から明らかなように引き上げ速度は 2 mm / 秒以上 50 mm / 秒以下の範囲にすることが、シミの低減に良いことがわかった。

さらに、表 6、表 9 から明らかなように、搬出ストッカーの上で円筒状基体を 20 秒以上保持した後に搬出ストッカーの中へ収納することが、シミの良化に良いことがわかった。また、実際には保持時間を余り長く取りすぎると洗浄のタクトが長くなってコストアップ要因になるため、好ましくは 20 秒以上 60 秒以下程度が選択される

また、当然のことながら、脱脂工程、リンス工程、濯ぎ工程、乾燥工程を連続して行うことで、時間を短縮でき効率的になった。

同様に、第 1 の搬送手段である図 6 の搬送アーム 661 を受け渡し位置で待機させることで、受け渡し時間が短縮でき効率的になった。

【符号の説明】

【0071】

- 101、701 円筒状基体
- 102 処理部
- 103 搬送機構
- 104 昇降台
- 105 載置台
- 111 投入台
- 121 脱脂槽
- 131 リンス槽
- 122、123 水
- 124 純水
- 125 温純水
- 141 濯ぎ槽
- 151 乾燥槽
- 161、661 搬送アーム
- 162、662 移動機構
- 163、663 チャッキング機構
- 164、664 エアーシリンダー
- 165、665 搬送レール
- 171、671 搬出ストッカー