

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 81 18696

(54)

Elément photoconducteur.

(51)

Classification internationale (Int. Cl.³). G 03 G 5/00; H 01 L 31/00.

(22)

Date de dépôt..... 5 octobre 1981.

(33) (32) (31)

Priorité revendiquée : Japon, 3 octobre 1980, n^{os} 138980/1980, 138981/1980 et 138982/1980 et 8 octobre 1980, n^{os} 140960/1980, 140961/1980 et 140962/1980.

(41)

Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 22 du 4-6-1982.

(71)

Déposant : Société dite : CANON KABUSHIKI KAISHA, résidant au Japon.

(72)

Invention de : Isamu Shimizu, Shigeru Shirai et Eiichi Inoue.

(73)

Titulaire : *Idem* (71)

(74)

Mandataire : Rinuy, Santarelli,
14, av. de la Grande-Armée, 75017 Paris.

L'invention concerne un élément photoconducteur sensible aux ondes électromagnétiques telles que la lumière (ce terme étant utilisé au sens large et englobant les rayons ultraviolets, la lumière visible, les rayons infrarouges, les rayons X, les rayons gamma, etc.).

Les matières photoconductrices, qui constituent des dispositifs de prise de vues à semiconducteur, des éléments de formation d'image pour électrophotographie dans le domaine de la formation de l'image ou des couches photoconductrices utilisées dans des dispositifs de lecture de manuscrit, doivent avoir une sensibilité élevée, un rapport signal/bruit élevé $\frac{I_p}{I_D}$, des caractéristiques spectrales correspondant à celles des ondes électromagnétiques à projeter, une bonne réponse à la lumière, une valeur souhaitée de résistance d'obscurité ainsi qu'une innocuité envers le corps humain pendant l'utilisation. En outre, dans un dispositif de prise de vues, il est également nécessaire que l'image résiduelle puisse être aisément traitée en un temps prédéterminé. En particulier, dans le cas d'éléments de formation d'images pour électrophotographie devant être assemblés dans un dispositif électrophotographique à utiliser comme appareil de bureau, la caractéristique d'innocuité indiquée ci-dessus est très importante.

Compte tenu de ce qui précède, le silicium amorphe (désigné ci-après "a-Si") a récemment attiré l'attention comme matière photoconductrice. Par exemple, les demandes de brevet de la RFA DOS N° 2 746 967 et N° 2 855 718 décrivent des applications de a-Si dans des éléments de formation d'image pour électrophotographie, et le brevet britannique N° 2 029 642 décrit une application du a-Si dans un dispositif de lecture à conversion photo-électrique. Cependant, les éléments photoconducteurs portant des couches photoconductrices constituées de a-Si de l'art antérieur présentent diverses caractéristiques électriques, optiques et photoconductrices telles que la résistivité d'obscurité, la photosensibilité et la réponse

à la lumière, ainsi que des caractéristiques de tenue dans le milieu ambiant telles que la résistance aux intempéries et la résistance à l'humidité, qui doivent être davantage améliorées. Ainsi, dans des formes pratiques de réalisation
5 de dispositif de prise de vues à semiconducteur, de dispositif de lecture, d'élément de formation d'image pour électrophotographie et autres, ces éléments photoconducteurs ne peuvent être utilisés efficacement en raison également de leur productivité et de leurs possibilités
10 limitées de production en grande série.

Par exemple, dans l'application à un élément de formation d'image pour électrophotographie ou à un dispositif de prise de vues, on observe fréquemment un potentiel résiduel qui subsiste. Lorsqu'un tel élément photo-
15 conducteur est utilisé de façon répétée pendant une longue durée, il apparaît divers inconvénients tels qu'une accumulation de fatigues par un usage répété, ou bien l'apparition du phénomène dit d'image fantôme, dans lequel des images résiduelles sont formées.

En outre, il est apparu, à la suite d'un certain nombre d'essais auquel on a procédé, qu'une matière a-Si constituant la couche photoconductrice d'un élément de
20 d'image pour électrophotographie, bien que possédant un certain nombre d'avantages par rapport au Se, au ZnO ou à des matières photoconductrices organiques tels
25 que PVCz, TNF et autres de l'art antérieur, pose également plusieurs problèmes à résoudre. En particulier, même dans le cas où le traitement de charge est appliqué pour la formation d'images électrostatiques sur la couche photocon-
30 ductrice d'un élément de formation d'image pour électrophotographie comportant un élément photoconducteur constitué d'une monocouche de a-Si qui a été dotée de caractéristiques permettant son utilisation dans une pile solaire de l'art antérieur, l'atténuation d'obscurité est très rapide,
35 de sorte qu'il est difficile d'appliquer un tel élément à un procédé photographique classique. Cette tendance est davantage prononcée sous atmosphère humide et elle atteint une amplitude telle que, dans certains cas, aucune charge

n'est retenue avant le développement.

Il est donc nécessaire, lors de la conception d'une matière photoconductrice, de faire porter les efforts afin d'obtenir des caractéristiques électriques, optiques et photoconductrices souhaitables, en même temps qu'une
5 amélioration des matières a-Si elles-mêmes.

L'invention a pour objet de résoudre les problèmes indiqués ci-dessus. La description qui suit est le résultat d'études importantes portant à la fois sur l'applicabilité
10 et l'utilité du a-Si comme élément photoconducteur destiné à un élément de formation d'image pour électrophotographie, à des dispositifs de prise de vues ou à des dispositifs de lecture. Il est à présent apparu qu'un élément photoconducteur réalisé de manière à comporter une structure
15 stratifiée comprenant une couche photoconductrice d'une matière appelée silicium amorphe hydrogéné (désigné ci-après "a-Si:H"), qui est une matière amorphe contenant de l'hydrogène dans une matrice de silicium, ou bien d'une matière appelée silicium amorphe halogéné (désigné
20 ci-après "a-Si:X"), qui est une matière amorphe contenant des atomes d'halogènes (X) dans une matrice d'atomes de silicium, et une couche intermédiaire spécifique interposée entre la couche photoconductrice et un support portant cette couche photoconductrice, est non seulement réelle-
25 ment utile, mais également supérieur, pratiquement en tout point de comparaison, aux éléments photoconducteurs de l'art antérieur, l'élément ainsi réalisé présentant en particulier d'excellentes caractéristiques comme élément photoconducteur pour électrophotographie. L'invention re-
30 pose sur cette constatation.

L'invention a pour objet principal un élément photoconducteur présentant des caractéristiques électriques, optiques et photoconductrices stables et constantes, con-
venant à tous les types de milieux, pratiquement sans limi-
35 tation des caractéristiques du milieu environnant dans lequel il est utilisé, cet élément photoconducteur étant très résistant à la fatigue à la lumière, sans détérioration après les utilisations répétées, et étant pratiquement ou

totalelement exempt de potentiels résiduels observés.

L'invention a également pour objet un élément photoconducteur à haute photosensibilité dans une bande spectrale couvrant pratiquement toute la bande de la lumière visible, l'élément photoconducteur présentant également une réponse rapide à la lumière.

L'invention a pour autre objet un élément photoconducteur capable de porter suffisamment de charges, au moment d'un traitement de charge, pour former des images électrostatiques telles qu'un procédé électrophotographique classique peut être appliqué lorsqu'il est prévu d'utiliser cet élément photoconducteur comme élément de formation d'image pour électrophotographie. L'élément photoconducteur présente également d'excellentes caractéristiques électrophotographiques, qui ne se détériorent pratiquement pas, même sous atmosphère fortement humide.

L'invention a également pour objet un élément photoconducteur pour électrophotographie, capable de produire aisément une image de haute qualité, ayant une densité élevée, claire dans les demi-tons et de résolution élevée.

L'élément photoconducteur selon l'invention comporte un support, une couche photoconductrice constituée d'une matière amorphe contenant des atomes de silicium formant une matrice et des atomes d'hydrogène ou des atomes d'halogènes comme constituant, et une couche intermédiaire disposée entre le support et la couche photoconductrice, l'élément étant caractérisé par le fait que la couche intermédiaire est constituée d'une matière amorphe contenant des atomes de silicium et des atomes d'oxygène comme constituants.

L'invention concerne également un élément photoconducteur comprenant un support, une couche photoconductrice constituée d'une matière amorphe contenant des atomes de silicium formant une matrice et des atomes d'hydrogène ou des atomes d'halogènes, et une couche intermédiaire placée entre le support et la couche photoconductrice et ayant pour fonction d'empêcher la pénétration, dans la couche photo-

conductrice, de porteurs provenant du côté du support, et de permettre le passage, de la couche photoconductrice vers le support, de photoporteurs engendrés dans la couche photoconductrice par la projection d'ondes électromagnétiques, la couche intermédiaire permettant aux porteurs
5 de se déplacer vers le côté du support et étant constituée d'une matière amorphe contenant des atomes de silicium et des atomes d'oxygène comme constituants.

L'invention sera décrite plus en détail en regard
10 des dessins annexés à titre d'exemples nullement limitatifs et sur lesquels :

les figures 1 à 12 sont des coupes transversales schématiques de plusieurs formes de réalisation de l'élément photoconducteur selon l'invention ; et

15 les figures 13 à 15 sont des schémas simplifiés de plusieurs formes de réalisation d'appareils de préparation de l'élément photoconducteur selon l'invention.

Plusieurs formes de réalisation de l'élément photoconducteur selon l'invention seront à présent décrites en détail en regard des figures.
20

La figure 1 est une coupe schématique d'une forme fondamentale de réalisation de l'élément photoconducteur selon l'invention.

L'élément photoconducteur 100 représenté sur la
25 figure 1 constitue l'une des formes de base de réalisation de l'invention, cet élément présentant une structure stratifiée comprenant un support 101 destiné à l'élément photoconducteur, une couche intermédiaire 102 appliquée sur le support et une couche photoconductrice 103 appliquée en
30 contact direct sur la couche intermédiaire 102.

Le support 101 peut être soit électroconducteur, soit isolant. Comme matière électroconductrice, on peut mentionner des métaux tels que NiCr, de l'acier inoxydable, Al, Cr, Mo, Au, Ir, Nb, V, Ti, Pt, Pd, etc., ou des alliages
35 de ces métaux.

Comme supports isolants, on peut utiliser communément des films ou des feuilles de résines synthétiques telles que des polyesters, du polyéthylène, des polycarbonates,

de l'acétate de cellulose, du polypropylène, du chlorure de polyvinyle, du chlorure de polyvinylidène, du polystyrène, des polyamides, etc., des verres, des céramiques, des papiers et autres. Ces supports isolants peuvent présenter avantageusement au moins une surface soumise à un traitement électroconducteur, et il est souhaitable de former d'autres couches sur la face ayant été soumise au traitement électroconducteur.

Par exemple, un traitement électroconducteur d'un verre peut être effectué par la formation d'une mince pellicule, sur ce verre, de NiCr, Al, Cr, Mo, Au, Ir, Nb, Ta, V, Ti, Pt, Pd, In_2O_3 , SnO_2 , ITO($\text{In}_2\text{O}_3 + \text{SnO}_2$). En variante, un film de résine synthétique tel qu'un film de polyester peut être soumis au traitement électroconducteur, sur sa surface, par déposition de vapeur, déposition par faisceau électronique ou pulvérisation d'un métal tel que NiCr, Al, Ag, Pb, Zn, Ni, Au, R, Mo, Ir, Nb, Ta, V, Ti, Pt et autres, ou bien par traitement de couchage avec ce métal. Le support peut être mis sous toute forme convenable telle que des cylindres, des bandes, des plaques et autres, et sa forme peut être déterminée comme souhaité. Par exemple, lorsque l'élément photoconducteur 100 doit être utilisé comme élément de formation d'image pour électrophotographie, il peut être mis avantageusement sous la forme d'une bande sans fin ou d'un cylindre destiné au copiage continu à grande vitesse. Le support peut avoir une épaisseur qui est convenablement déterminée afin qu'un élément photoconducteur puisse être formé comme souhaité. Lorsque l'élément photoconducteur doit avoir une certaine flexibilité, le support est réalisé de manière à être aussi mince que possible dans la mesure où il peut assumer suffisamment sa fonction de support. Cependant, dans ce cas, l'épaisseur est généralement de 10 μm ou plus pour des raisons de fabrication et de manipulation du support, ainsi que pour que ce dernier possède une certaine résistance mécanique.

La couche intermédiaire 102 est constituée d'une matière amorphe non photoconductrice contenant des atomes

de silicium (Si) et des atomes d'oxygène (O) (cette matière étant désignée ci-après " $a\text{-Si}_x\text{O}_{1-x}$ ", où $0 < x < 1$), qui assume la fonction d'une couche dite d'arrêt capable d'empêcher efficacement la pénétration, dans la couche photoconductrice 103, de porteurs provenant du côté du support 101, et permettant aisément à des photoporteurs, engendrés par projection d'ondes électromagnétiques dans la couche photoconductrice 103, de migrer vers le support 101 en passant à travers cette couche intermédiaire, à partir du côté de la couche photoconductrice 103 vers le côté du support 101.

La couche intermédiaire 102 constituée de $a\text{-Si}_x\text{O}_{1-x}$ peut être formée par la mise en oeuvre d'un procédé de pulvérisation, un procédé d'implantation ionique, un procédé de pulvérisation ionique, un procédé à faisceau électronique ou autre. Ces procédés de production sont convenablement choisis en fonction de facteurs tels que les conditions de production, l'importance des investissements en capitaux d'installations, l'échelle de production, les caractéristiques souhaitables pour les éléments photoconducteurs à préparer, etc. Etant donné les avantages constitués par une maîtrise relativement aisée des conditions de préparation d'éléments photoconducteurs ayant des caractéristiques souhaitées ainsi que la possibilité aisée d'introduire des atomes de carbone ainsi que des atomes de silicium dans la couche intermédiaire 102 à préparer, il est avantageux d'utiliser le procédé de pulvérisation, le procédé à faisceau électronique ou le procédé de pulvérisation ionique.

Pour former la couche intermédiaire 102 par le procédé de pulvérisation, une pastille ou galette de silicium monocristallin ou polycristallin, ou une pastille de SiO_2 ou encore une pastille contenant du Si et du SiO_2 en mélange est utilisée comme cible et soumise à une pulvérisation sous une atmosphère constituée de divers gaz.

Par exemple, lorsqu'on utilise une pastille de Si comme cible, un gaz pour pulvérisation tel que He, Ne, Ar ou autres est introduit dans une chambre de déposition

pour pulvérisation afin de former un plasma gazeux et de produire une pulvérisation sur la pastille de Si. En variante, lorsqu'une pastille de silicium et une pastille de SiO_2 sont utilisées comme cible, un gaz pour pulvérisation tel que He, Ne, Ar ou autre est introduit dans
5 une chambre de déposition pour pulvérisation afin d'y former un plasma gazeux et de produire une pulvérisation sur la pastille de Si et la pastille de SiO_2 . Dans un autre cas, une cible constituée d'une feuille formée d'un
10 mélange moulé de Si et de SiO_2 , ou bien d'une pastille de SiO_2 , peut être utilisée et, après introduction d'un gaz pour pulvérisation dans un appareil, une pulvérisation peut être réalisée dans l'atmosphère constituée par le gaz.

Lorsqu'on met en oeuvre le procédé à faisceau
15 électronique, on place, respectivement, dans deux nacelles pour déposition, du silicium monocristallin ou polycristallin à haute pureté et du SiO_2 à haute pureté et chacune de ces matières peut être irradiée indépendamment au moyen d'un faisceau électronique, afin qu'il se produise une
20 déposition simultanée de vapeur des deux matières. En variante, du silicium cristallin (Si) et du SiO_2 , ou bien du SiO_2 seul, placés dans une seule et même nacelle pour déposition, peuvent être irradiés par un faisceau électronique unique afin de provoquer une déposition de vapeur.
25 La proportion entre les atomes de silicium et les atomes d'oxygène devant être contenus dans la couche intermédiaire 102 est déterminée, dans le premier cas, par variation de la tension d'accélération des faisceaux électroniques appliqués au silicium cristallin et au SiO_2 , respectivement, et,
30 dans le second cas, par mélange en proportions prédéterminées de silicium cristallin et de SiO_2 .

Lorsqu'on utilise le procédé de pulvérisation ionique, divers gaz sont introduits dans une chambre de déposition et un champ électrique à haute fréquence est
35 appliqué à une bobine formée précédemment autour de la chambre afin de produire une décharge d'effluves. Dans ces conditions, le silicium et le SiO_2 , ou bien le SiO_2 seul, sont déposés à l'état de vapeur par l'utilisation du procédé

à faisceau électronique.

La couche intermédiaire 102 selon l'invention est formée avec soin afin que les caractéristiques demandées puissent être obtenues exactement comme souhaité.

En d'autres termes, une substance constituée d'atomes de silicium (Si) et d'atomes d'oxygène (O) peut passer structurellement de l'état cristallin à l'état amorphe selon les conditions de sa préparation, peut présenter les propriétés électriques comprises entre l'électroconduction et l'isolation en passant par la semiconduction, et des propriétés comprises entre la photoconduction et la non-photoconduction, respectivement. Par conséquent, selon l'invention, les conditions sont choisies rigoureusement pour préparer du $a\text{-Si}_x\text{O}_{1-x}$ non photoconducteur dans la bande dite visible.

Etant donné que la fonction de la couche intermédiaire 102 selon l'invention est d'empêcher la pénétration des porteurs du côté du support 101 dans la couche photoconductrice 103 tout en permettant aux photoporteurs, engendrés dans la couche photoconductrice 103, de migrer aisément à travers cette couche intermédiaire vers le côté du support 101, il est souhaitable que le $a\text{-Si}_x\text{O}_{1-x}$ constituant la couche intermédiaire 102 soit formé afin d'avoir un comportement isolant dans la bande visible du spectre.

Comme autre élément critique des conditions de préparation de $a\text{-Si}_x\text{O}_{1-x}$ permettant d'atteindre une valeur de mobilité, envers les porteurs passants, telle que le passage des photoporteurs engendrés dans la couche photoconductrice 103 puisse s'effectuer en douceur à travers la couche intermédiaire 102, on peut mentionner la température du support pendant sa préparation.

En d'autres termes, lors de la formation d'une couche intermédiaire 102 constituée de $a\text{-Si}_x\text{O}_{1-x}$ sur la surface du support 101, la température de ce dernier pendant la formation de la couche est un facteur important affectant la structure et les caractéristiques de la couche formée. Selon l'invention, la température du support pendant la formation de la couche est contrôlée rigoureusement

afin que le $a\text{-Si}_x\text{O}_{1-x}$ ayant les caractéristiques souhaitées puisse être préparé exactement comme désiré.

Pour permettre d'atteindre efficacement les objectifs de l'invention, la température du support, pendant la formation de la couche intermédiaire 102, est convenablement choisie dans une plage optimale qui dépend du procédé utilisé pour former la couche intermédiaire 102 et cette température est généralement comprise entre 20 et 200°C, de préférence entre 20 et 150°C.

Pour la formation de la couche intermédiaire 102, il est avantageux d'adopter un procédé de pulvérisation ou un procédé à faisceau électronique, car ces procédés permettent de contrôler rigoureusement les proportions atomiques constituant chaque couche ou les épaisseurs des couches d'une manière relativement aisée par rapport à d'autres procédés, et il est possible de former en continu la couche photoconductrice 103 sur la couche intermédiaire 102, ainsi qu'une troisième couche appliquée sur la couche photoconductrice 103 dans le même appareil, si cela est souhaité. Dans le cas où la couche intermédiaire 102 est formée par ces procédés, la puissance de décharge pendant la formation de la couche peut également être citée, au même titre que la température du support comme indiqué ci-dessus, comme un facteur important influençant les caractéristiques du $a\text{-Si}_x\text{O}_{1-x}$ à préparer.

Dans de tels procédés de préparation de la couche intermédiaire, la puissance de décharge utilisée pour préparer efficacement du $a\text{-Si}_x\text{O}_{1-x}$ ayant des caractéristiques permettant d'atteindre l'objectif de l'invention est généralement comprise entre 50 et 250W, de préférence entre 80 et 150W.

La teneur en atomes d'oxygène (O) de la couche intermédiaire 102 de l'élément photoconducteur selon l'invention constitue également l'un des facteurs importants entrant dans la formation d'une couche intermédiaire 102 ayant des caractéristiques souhaitées pour atteindre l'objectif de l'invention, de même que les conditions de préparation de la couche intermédiaire 102. La teneur en

atomes d'oxygène (O) de la couche intermédiaire est, sur la base des atomes de silicium (Si), généralement comprise entre 60 et 67 %, de préférence entre 63 et 67 %. Autrement dit, en utilisant les termes de la représentation précédente $a\text{-Si}_x\text{O}_{1-x}$, x est globalement compris entre 0,33 et 0,40, et de préférence entre 0,33 et 0,37.

La plage de valeurs numériques de l'épaisseur de la couche intermédiaire 102 constitue également un autre facteur important permettant d'atteindre efficacement l'objectif de l'invention.

En d'autres termes, si l'épaisseur de la couche intermédiaire est trop faible, la fonction d'empêchement de la pénétration des porteurs du côté du support 101 dans la couche photoconductrice 103 ne peut être accomplie suffisamment. Par contre, si l'épaisseur est trop grande, la probabilité de passage des photoporteurs engendrés dans la couche photoconductrice 103 vers le côté du support 101 est très faible. Ainsi, dans tous les cas, les objectifs de l'invention ne peuvent être atteints de façon efficace.

L'épaisseur à donner à la couche pour atteindre efficacement les objectifs de l'invention est généralement comprise entre 3 et 100 nanomètres, de préférence entre 5 et 60 nanomètres et, de façon encore plus préférable, entre 5 et 30 nanomètres.

Pour atteindre efficacement les objectifs de l'invention, la couche photoconductrice 103 appliquée sur la couche intermédiaire est constituée de $a\text{-Si:H}$ ayant les caractéristiques semiconductrices indiquées ci-dessous :

① $a\text{-Si:H}$ du type p ... contient uniquement un accepteur, ou bien contient un donneur et un accepteur avec une plus forte concentration d'accepteur (Na).

② $a\text{-Si:H}$ du type p^- ... un type de ① qui contient un accepteur à faible concentration (Na), par exemple dopé avec une quantité appropriée d'impuretés du type p.

③ $a\text{-Si:H}$ du type n ... contient uniquement un donneur, ou bien contient un donneur et un accepteur avec une plus forte concentration de donneur (Nd).

④ a-Si:H du type n^- ... un type de ③ qui contient un donneur à faible concentration (Nd), par exemple, dopé légèrement avec des impuretés du type n, ou bien non dopé.

⑤ a-Si:H du type i ... où $Na \approx Nd \approx 0$ ou $Na \approx Nd$.

5 Selon l'invention, étant donné que a-Si:H constituant la couche photoconductrice 103 est appliqué sur le support par l'intermédiaire de la couche 102, cette matière peut avoir une résistivité électrique relativement faible. Cependant, pour obtenir les meilleurs résultats, la couche
10 photoconductrice est de préférence produite afin que la résistivité d'obscurité de la couche photoconductrice formée soit avantageusement de $5 \cdot 10^9$ ohms.cm ou plus, et de préférence de 10^6 ohms.cm ou plus.

En particulier, les valeurs numériques de la
15 résistivité d'obscurité constituent un facteur important lorsqu'on utilise l'élément photoconducteur préparé comme élément de formation d'image pour électrophotographie, comme dispositif de lecture à haute sensibilité ou comme dispositif de prise de vues à utiliser sous de faibles
20 conditions d'éclairement, ou encore comme convertisseur photo-électrique.

Selon l'invention, pour produire une couche photoconductrice constituée de a-Si:H, on incorpore des atomes d'hydrogène (H) pendant la formation de cette
25 couche, par le procédé suivant.

L'expression "H est contenu ou incorporé dans une couche" utilisée dans le présent mémoire désigne l'état selon lequel "H est lié à Si", ou selon lequel "H est ionisé afin d'être incorporé dans la couche", ou selon lequel "H
30 est incorporé sous la forme de H_2 dans la couche".

Pour incorporer des atomes d'hydrogène (H) dans la couche photoconductrice, par exemple, des silanes tels que SiH_4 , Si_2H_6 , Si_3H_8 , Si_3H_{10} et ainsi de suite sont introduits à l'état gazeux dans un appareil de déposition pendant
35 la formation d'une couche et ces composés sont décomposés par la mise en oeuvre du procédé de décomposition à décharge d'effluves afin d'être incorporés dans la couche en même temps que cette dernière croît.

Pour former la couche photoconductrice par le procédé de décomposition à décharge d'effluves, lorsqu'un hydrure de silicium tel que SiH_4 , Si_2H_6 , Si_3H_8 , Si_4H_{10} et autres est utilisé comme matière de départ pour fournir des
5 atomes de silicium (Si), des atomes d'hydrogène (H) sont incorporés automatiquement dans la couche pendant qu'elle est formée par décomposition des gaz de ces composés.

Lorsque le procédé de pulvérisation-réaction est utilisé, du gaz H_2 est introduit dans l'appareil dans
10 lequel une pulvérisation est effectuée sous une atmosphère constituée d'un gaz inerte tel que He et Ar, et un mélange gazeux, contenant ces gaz comme base, la cible étant en silicium, ou bien, en variante, un gaz de silanes tels que SiH_4 , Si_2H_6 , Si_3H_8 , Si_4H_{10} ou autres, ou bien encore un
15 gaz tel que B_2H_6 ou PH_3 destiné à produire simultanément un effet dopant, peut être introduit dans l'appareil.

Les connaissances actuelles montrent que la teneur en atomes d'hydrogène (H) de la couche photoconductrice constituée de a-Si:H est l'un des facteurs principaux qui déterminent si la couche photoconductrice formée
20 est réellement utile.

Selon l'invention, pour que la couche photoconductrice formée soit suffisamment utile pour convenir à des applications pratiques, sa teneur en atomes d'hydrogène (H) est généralement comprise entre 1 et 40 %, de préférence entre 5 et 30 %. La teneur en H de la couche peut être
25 ajustée à l'aide de la température du support de déposition et/ou de la quantité de matière de départ à introduire dans l'appareil de déposition pour l'incorporation de H, la
30 puissance de décharge ou autres.

Pour donner à la couche photoconductrice le type n, le type p ou le type i, on peut introduire dans cette couche, en quantité dosée, une impureté du type n, une impureté du type p ou des impuretés des deux types pendant
35 la formation de la couche par le procédé de décharge d'effluves ou par le procédé de pulvérisation-réaction.

Comme impureté à introduire dans la couche photoconductrice pour lui donner le type p, on peut mentionner

avantageusement des éléments du Groupe III-A du Tableau Périodique, par exemple B, Al, Ga, In, Tl, etc.

Par ailleurs, pour obtenir le type n, on peut utiliser de préférence des éléments du Groupe VA du Tableau Périodique, tels que N, P, As, Sb, Bi, etc.

Dans le cas de a-Si:H, le a-Si:H dit non dopé, qui est formé sans addition d'impureté du type n ou d'impureté du type p, présente en général légèrement la tendance au type n (type n^-). Par conséquent, pour obtenir un a-Si:H du type i, il est nécessaire d'ajouter une quantité appropriée, bien que très faible, d'impureté du type p dans le a-Si:H non dopé. Etant donné qu'un élément photoconducteur pour électrophotographie doit avoir une résistivité d'obscurité suffisamment grande, il est souhaitable de constituer une couche photoconductrice de a-Si:H non dopé ou de a-Si:H du type i, dans lequel une impureté du type p, telle que B, est introduite en faible quantité.

La quantité d'impuretés indiquées ci-dessus, contenue dans la couche, est de l'ordre du ppm, de sorte qu'il est inutile de porter une grande attention à la pollution provoquée par ces impuretés, contrairement au cas des ingrédients principaux constituant la couche photoconductrice, mais il est également préférable d'utiliser une substance aussi peu polluante que possible. De ce point de vue, compte tenu également des caractéristiques électriques et optiques de la couche formée, une matière telle que B, As, P, Sb et autres est très avantageuse. De plus, par exemple, il est également possible de conférer à la couche le type n par dopage interstitiel de Li ou d'autres matières par implantation ou diffusion thermique.

La quantité d'impureté à introduire dans la couche photoconductrice, qui est déterminée convenablement en fonction des caractéristiques électriques et optiques souhaitées, est cependant comprise, en proportions atomiques, généralement entre 10^{-6} et 10^{-3} , et de préférence entre 10^{-5} et 10^{-4} sur la base des atomes de silicium, dans le cas d'une impureté du Groupe III du Tableau Périodique, et généralement entre 10^{-8} et 10^{-3} , et de préférence entre 10^{-8} et

10^{-4} , sur la base des atomes de silicium, dans le cas d'une impureté du Groupe V du Tableau Périodique.

La figure 2 est une coupe schématique d'une autre forme de réalisation de l'élément photoconducteur selon l'invention. L'élément photoconducteur 200 représenté sur la figure 2 présente la même structure stratifiée que celle de l'élément photoconducteur 100 montré sur la figure 1, sauf qu'une couche supérieure 205, assumant la même fonction que la couche intermédiaire 202, est appliquée sur la couche photoconductrice 203.

L'élément photoconducteur 200 comporte une couche intermédiaire 202 de $a\text{-Si}_x\text{O}_{1-x}$ formée de la même matière que celle constituant la couche intermédiaire 102 afin d'assumer la même fonction que cette couche 102, une couche photoconductrice 203 constituée de $a\text{-Si:H}$ analogue à celui de la couche photoconductrice 103, et une couche supérieure 205 qui présente une surface libre 204 et qui est appliquée sur la couche photoconductrice 203.

La couche supérieure 205 assume les fonctions suivantes. Par exemple, lorsque l'élément photoconducteur 200 est utilisé de manière à former des images de charges par l'application d'un traitement de charge à la surface libre 204, la couche supérieure empêche la pénétration des charges retenues sur la surface libre 204 dans la couche photoconductrice 203 et, lors de la projection d'ondes électromagnétiques, cette couche supérieure permet un passage aisé des photoporteurs engendrés dans la couche photoconductrice 203, afin que les porteurs puissent se recombiner avec les charges dans les parties sur lesquelles les ondes électromagnétiques ont été projetées.

La couche supérieure 205 peut être constituée de $a\text{-Si}_x\text{O}_{1-x}$ ayant les mêmes caractéristiques que celles de la couche intermédiaire 202. De plus, la couche supérieure peut être constituée d'une matière amorphe contenant l'un quelconque des atomes de silicium (Si), des atomes de carbone (C), des atomes d'azote (N), et des atomes d'oxygène (O), qui forment la matrice constituant la couche photoconductrice 203, ou bien elle peut être constituée d'une matière

amorphe contenant en outre au moins l'un des atomes d'hydrogène (H) et des atomes d'halogènes (X), par exemple $a\text{-Si}_x\text{O}_{1-x}$ contenant au moins l'un des atomes d'hydrogène (H) et des atomes d'halogènes (X), $a\text{-Si}_y\text{N}_{1-y}$, $a\text{-Si}_z\text{N}_{1-z}$ contenant au moins l'un des atomes d'hydrogène (H) et des atomes d'halogènes (X), $a\text{-Si}_a\text{C}_{1-a}$, $a\text{-Si}_b\text{C}_{1-b}$ contenant au moins l'un des atomes d'hydrogène (H) et des atomes d'halogènes (X). En outre, la couche supérieure peut également être constituée d'une matière isolante inorganique telle que Al_2O_3 ou de matières isolantes organiques telles que des polyesters, du poly-p-xylylène, des polyuréthannes et autres. Cependant, pour des raisons de productivité, de production en grande série ainsi que pour des raisons de stabilité électrique et de stabilité dans le milieu environnant pendant l'utilisation, la matière constituant la couche supérieure 205 est avantageusement $a\text{-Si}_x\text{O}_{1-x}$ ayant les mêmes caractéristiques que celles de la couche intermédiaire 202, $a\text{-Si}_x\text{O}_{1-x}$ contenant au moins l'un des atomes d'hydrogène (H) et les atomes d'halogènes (X), $a\text{-Si}_a\text{C}_{1-a}$, $a\text{-Si}_b\text{C}_{1-b}$ contenant au moins l'un des atomes d'hydrogène (H) et des atomes d'halogènes (X), $a\text{-Si}_y\text{N}_{1-y}$, $a\text{-Si}_z\text{N}_{1-z}$ contenant au moins l'un des atomes d'hydrogène (H) et des atomes d'halogènes (X).

Parmi ces matières pour former la couche supérieure, des matières appropriées peuvent comprendre $a\text{-Si}_a\text{C}_{1-a}$, $a\text{-Si}_b\text{C}_{1-b}$ contenant au moins l'un des atomes d'hydrogène (H) et des atomes d'halogènes (X), et $a\text{-Si}_z\text{N}_{1-z}$. Outre celles mentionnées ci-dessus, d'autres matières convenant à la constitution de la couche supérieure 205 peuvent comprendre des matières amorphes contenant, comme matrice, au moins deux de C, N et O, ainsi que des atomes de silicium (Si), et contenant également des atomes d'halogènes et des atomes d'hydrogène. Comme atomes d'halogènes, on peut mentionner F, Cl, Br, etc., mais une matière amorphe contenant F est efficace du point de vue de la stabilité thermique.

La couche supérieure 205 peut être formée par la mise en oeuvre du même procédé et de la même matière que ceux utilisés pour la préparation de la couche intermédiaire

202. Il est également possible d'utiliser le procédé à
décharge d'effluves de même que pour la formation de la
couche photoconductrice 103 ou 203. En outre, la couche
supérieure peut être formée par le procédé de pulvérisa-
5 tion-réaction, avec utilisation d'un gaz pour l'introduc-
tion d'atomes d'hydrogène, d'un gaz pour l'introduction
d'atomes d'halogènes ou de ces deux gaz. En variante, la
couche supérieure 205 peut être formée par implantation
ionique, pulvérisation ionique, utilisation d'un faisceau
10 électronique ou autre procédé.

Parmi les procédés précités pour préparer la
couche supérieure 205, il est préférable d'utiliser un
procédé à décharge d'effluves et un procédé de pulvérisa-
tion-réaction, pour les raisons suivantes. Dans ces procédés,
15 les conditions de préparation d'éléments photoconducteurs
ayant des caractéristiques souhaitables peuvent être aisé-
ment maîtrisées, et un tel procédé permet d'introduire aisé-
ment des atomes tels que des atomes d'oxygène, des atomes
d'azote, des atomes de carbone, des atomes d'hydrogène et
20 des atomes d'halogènes dans la couche supérieure à préparer.

Pour la formation de la couche supérieure 205 par
le procédé à décharge d'effluves, on introduit des gaz de
départ pour former la couche supérieure, si nécessaire avec
un gaz de dilution, dans la chambre de déposition sous vide,
25 puis on produit une décharge d'effluves par excitation afin
de former une atmosphère de plasma avec ces gaz et, par
conséquent, une couche supérieure 205 sur la couche photo-
conductrice 203.

Comme matières de départ à utiliser pour former
30 la couche supérieure 205, on peut employer la plupart des
matières gazeuses ou gazéifiables contenant au moins Si,
C, N, O, H et X comme atomes constitutifs.

Selon l'invention, le gaz de départ à utiliser
efficacement pour former la couche supérieure 205 est un
35 gaz de silane tel que SiH_4 , Si_2H_6 , Si_3H_8 , Si_4H_{10} et autres,
et un gaz contenant C et H comme atomes constitutifs, tel
que des hydrocarbures saturés ayant 1 à 5 atomes de carbone,
des hydrocarbures éthyléniques ayant 1 à 5 atomes de carbone

et des hydrocarbures acétyléniques ayant 2 à 4 atomes de carbone.

Des exemples typiques comprennent des hydrocarbures saturés tels que le méthane (CH_4), l'éthane (C_2H_6),
 5 le propane (C_3H_8), le n-butane ($\text{n-C}_4\text{H}_{10}$), le pentane (C_5H_{12})
 et autres ; des hydrocarbures éthyléniques tels que l'éthylène (C_2H_4), le propylène (C_3H_6), le butène-1 (C_4H_8), le
 butène-2 (C_4H_8), l'isobutylène (C_4H_8), le pentène (C_5H_{10})
 et autres ; et des hydrocarbures acétyléniques tels que
 10 l'acétylène (C_2H_2), le méthylacétylène (C_3H_4), le butyne
 (C_4H_6) et autres.

Des exemples typiques de gaz de départ contenant Si, C et H comme atomes constitutifs comprennent des alkylsilanes tels que $\text{Si}(\text{CH}_3)_4$, $\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5)_4$ et autres. Outre ces
 15 gaz de départ pour former la couche supérieure, on peut
 évidemment utiliser efficacement H_2 comme gaz de départ
 pour l'introduction d'atomes d'hydrogène (H).

Des matières de départ pour l'incorporation d'atomes d'halogènes (X) peuvent comprendre un halogène,
 20 des halogénures d'hydrogène, des composés interhalogénés,
 des halogénures de silicium, des hydrures de silicium
 substitués par un halogène et autres. En particulier,
 on peut utiliser des éléments halogénés tels que des gaz
 halogénés contenant du fluor, du chlore, du brome et de
 25 l'iode ; des halogénures d'hydrogène tels que HF, HI, HCl,
 HBr, etc. ; des composés interhalogénés tels que BrF, ClF,
 ClF_3 , ClF_5 , BrF_5 , BrF_3 , IF_7 , ICl , IBr , etc. ; des halogé-
 nures de silicium tels que SiF_4 , Si_2F_6 , SiCl_4 , SiCl_3Br ,
 SiCl_2Br_2 , SiClBr_3 , SiCl_3I , SiBr_4 , etc. ; des hydrures de
 30 silicium substitués par un halogène tels que SiH_2F_2 , SiH_2Cl_2 ,
 SiHCl_3 , SiH_3Cl , SiH_3Br , SiH_2Br_2 , SiHBr_3 et autres.

Des matières de départ pour l'incorporation d'atomes d'azote peuvent comprendre, par exemple, de
 l'azote (N_2), de l'ammoniac (NH_3), de l'hydrazine (NH_2NH_2),
 35 de l'acide azothydrique (HN_3), de l'azoture d'ammonium
 (NH_4N_3) et autres.

Des matières de départ permettant d'incorporer efficacement des atomes d'oxygène peuvent comprendre, par

exemple, de l'oxygène (O_2), de l'ozone (O_3), du disiloxane ($H_3SiOSiH_3$), du trisiloxane ($H_3SiOSiH_2OSiH_3$), et autres.

Outre les matières de départ indiquées ci-dessus pour la préparation de la couche supérieure, on peut utiliser de l'oxyde de carbone (CO), de l'anhydride carbonique (CO_2), du protoxyde d'azote (N_2O), du monoxyde d'azote (NO), de l'anhydride azoteux (N_2O_3), du bioxyde d'azote (NO_2), du tétra-oxyde d'azote (N_2O_4), de l'anhydride azotique (N_2O_5), du trioxyde d'azote (NO_3) et autres.

Par exemple, lorsqu'on utilise le procédé à décharge d'effluves, on peut employer un gaz unique tel que $Si(CH_3)_4$, $SiCl_2(CH_3)_2$ et autres, ou bien un mélange gazeux tel qu'un système SiH_4-N_2O , un système SiH_4-O_2 (-Ar), un système SiH_4-NO_2 , un système $SiH_4-O_2-N_2$, un système $SiCl_4-NO-H_2$, un système SiH_4-NH_3 , un système $SiCl_4-NH_4$, un système SiH_4-N_2 , un système SiH_4-NH_3-NO , un système $Si(CH_3)_4-SiH_4$, un système $SiCl_2(CH_3)_2-SiH_4$ et autres, comme matières de départ pour la formation de la couche supérieure 205.

En variante, la couche supérieure 205 peut être formée par le procédé de pulvérisation au moyen d'une pastille de silicium monocristallin ou polycristallin et d'une pastille de carbone, d'une pastille de bioxyde de silicium ou d'une pastille de Si_3N_4 , ou encore d'une pastille contenant Si et C, SiO_2 ou Si_3N_4 en mélange, comme cible, et on peut effectuer une pulvérisation sur ces pastilles sous diverses atmosphères gazeuses.

Par exemple, lorsqu'une pastille de Si est utilisée comme cible, le gaz de départ pour l'incorporation d'atomes de carbone (C), d'atomes d'azote (N) ou d'atomes d'oxygène (O), si nécessaire, d'autres atomes d'hydrogène (H) ou atomes d'halogènes (X), par exemple H_2 et N_2 , H_2 et NH_3 , NH_3 , H_2 et C_2H_6 ou autres, qui peuvent être dilués, le cas échéant, avec un gaz de dilution tel que Ar et autres, sont introduits dans la chambre de déposition pour pulvérisation afin d'y former un plasma gazeux et effectuer une pulvérisation sur la pastille de Si précitée. Selon d'autres procédés, en utilisant des cibles séparées de Si et C, SiO_2

ou Si_3N_4 , ou une feuille d'un mélange de Si et C, SiO_2 ou Si_3N_4 , on peut effectuer une pulvérisation sous une atmosphère de gaz pour pulvérisation.

Dans ce cas, pour l'incorporation d'atomes d'hydrogène (H) et/ou d'atomes d'halogènes (X) dans une couche supérieure à former, les gaz précités pour les matières de départ peuvent être introduits dans une chambre de déposition pour pulvérisation afin que des atomes d'hydrogène (H) et/ou des atomes d'halogènes (X) soient incorporés lors de la pulvérisation.

Lorsque l'élément photoconducteur 200 est utilisé de manière que la projection d'ondes électromagnétiques, auxquelles la couche photoconductrice 203 est sensible, s'effectue par le côté de la couche supérieure 205, le choix de la matière constituant cette couche supérieure 205 et la détermination de l'épaisseur de cette couche s'effectuent avec soin afin qu'une quantité suffisante des ondes électromagnétiques projetées puisse atteindre la couche photoconductrice 203 pour y engendrer des photoporteurs avec une bonne efficacité.

L'épaisseur de la couche supérieure 205 de l'élément photoconducteur selon l'invention est déterminée convenablement d'après les matières constituant cette couche, les conditions de préparation de la couche et autres, afin que les fonctions indiquées ci-dessus puissent être effectuées de façon suffisante.

La figure 3 est une coupe schématique d'une autre forme fondamentale de réalisation de l'élément photoconducteur selon l'invention.

L'élément photoconducteur 300 représenté sur la figure 3 constitue l'une des formes de base de réalisation de l'invention, comprenant une structure stratifiée qui comporte un support 301 destiné à l'élément photoconducteur, une couche intermédiaire 302 appliquée sur le support et une couche photoconductrice 303 appliquée en contact direct sur la couche intermédiaire 302. Le support 301 et la couche photoconductrice 303 sont constitués des mêmes matières que celles indiquées pour le support 101 et la couche photocon-

ductrice 103 de la figure 1, respectivement.

La couche intermédiaire 302 est constituée d'une matière amorphe non photoconductrice contenant, comme matrice, des atomes de silicium (Si) et des atomes d'oxygène (O), et contenant des atomes d'hydrogène (H) [cette matière étant désignée ci-après " $a-(Si_xO_{1-x})_y:H_{1-y}$ ", où $0 < x < 1$, $0 < y < 1$], et cette couche intermédiaire assume la même fonction que la couche intermédiaire 102 décrite en regard de la figure 1.

La couche intermédiaire 302 constituée de $a-(Si_xO_{1-x})_y:H_{1-y}$ peut être formée par un procédé de décharge d'effluves, un procédé de pulvérisation, un procédé d'implantation ionique, un procédé de pulvérisation ionique, un procédé à faisceau électronique ou autres. Ces procédés de production sont convenablement choisis, mais il est préférable d'utiliser le procédé à décharge d'effluves ou le procédé à pulvérisation-réaction en raison des avantages constitués par une maîtrise relativement aisée des conditions de préparation d'éléments photoconducteurs ayant des caractéristiques souhaitées, ainsi que la possibilité d'introduire aisément des atomes d'oxygène (O) et des atomes d'hydrogène (H), ainsi que des atomes de silicium (Si) dans la couche intermédiaire 302 à préparer.

En outre, dans la présente invention, le procédé à décharge d'effluves et le procédé de pulvérisation peuvent être utilisés en combinaison dans le même appareil pour former la couche intermédiaire 302.

Pour la formation de la couche intermédiaire 302 par le procédé de décharge d'effluves, des gaz de départ pour la formation de $a-(Si_xO_{1-x})_y:H_{1-y}$, qui peuvent être mélangés facultativement à un gaz de dilution, en proportion prédéterminée, sont introduits dans la chambre de déposition sous vide dans laquelle le support 301 est placé, puis un plasma gazeux est formé par déclenchement d'une décharge d'effluves des gaz introduits afin de provoquer une déposition de $a-(Si_xO_{1-x})_y:H_{1-y}$ sur le support précité 301.

Comme gaz de départ à utiliser pour la formation de $a-(Si_xO_{1-x})_y:H_{1-y}$, la plupart des substances gazeuses ou

des produits gazéifiés, ou encore des substances gazéifiables contenant au moins l'un des éléments Si, O et H comme atomes constitutifs, peuvent être utilisés.

Lorsqu'un gaz de départ contenant du Si comme
5 atomes constitutifs doit être utilisé, il est possible
d'utiliser un mélange d'un gaz de départ contenant Si comme
atome constitutif, un gaz de départ contenant O comme atome
constitutif et un gaz contenant H comme atome constitutif,
dans des proportions de mélange souhaitées. En variante,
10 un mélange d'un gaz de départ contenant Si comme atome
constitutif et d'un gaz de départ contenant O et H comme
atomes constitutifs, dans des proportions de mélange sou-
haitées, peut également être utilisé. En outre, il est
aussi possible d'utiliser un mélange d'un gaz de départ
15 contenant Si comme atome constitutif et d'un gaz de départ
possédant les trois types d'atomes de Si, O et H, comme
atomes constitutifs.

Selon un autre procédé, il est aussi possible
d'utiliser un mélange d'un gaz de départ possédant Si et
20 H comme atomes constitutifs et d'un gaz de départ possédant
O comme atome constitutif.

Selon l'invention, le gaz de départ typique à
utiliser efficacement comme matière de départ pour former
la couche intermédiaire 302 comprend des silanes gazeux
25 tels que SiH_4 , Si_2H_6 , Si_3H_8 , Si_4H_{10} et autres ; des siloxanes
inférieurs, qui sont constitués de Si, O et H, tels que le
disiloxane $\text{H}_3\text{SiOSiH}_3$, le trisiloxane $\text{H}_3\text{SiOSiH}_2\text{OSiH}_3$, et
autres ; l'oxygène et l'ozone, constitués d'O ; l' H_2 cons-
titué de H, etc.

30 Pour la formation de la couche intermédiaire 302
par un procédé de pulvérisation, on peut utiliser une pas-
tille de silicium monocristallin ou polycristallin, une
pastille de SiO_2 ou une pastille contenant Si et SiO_2 en
mélange, comme cible, et on peut effectuer la pulvérisation
35 sur ces pastilles sous diverses atmosphères gazeuses afin
que la couche intermédiaire souhaitée puisse être formée.

Par exemple, lorsqu'une pastille de Si est utilisée
comme cible, le gaz de départ pour l'introduction de O et H,

qui peut être dilué le cas échéant avec un gaz de dilution, si cela est souhaité, est introduit dans la chambre de déposition pour pulvérisation afin qu'il se forme un plasma de ces gaz et qu'une pulvérisation se produise sur la pastille de Si précitée. Selon d'autres procédés, en utilisant des cibles séparées de Si et SiO_2 , ou bien une feuille d'un mélange moulé de Si et SiO_2 , on peut effectuer une pulvérisation sous atmosphère gazeuse contenant au moins des atomes d'hydrogène (H) comme constituant.

Comme gaz de départ pour l'introduction d'atomes de silicium (Si), d'atomes d'oxygène (O) et d'atomes d'hydrogène (H), on peut utiliser des gaz de départ dont des exemples sont indiqués dans le procédé de décharge d'effluves, ces gaz étant également efficaces dans le cas du procédé de pulvérisation.

Selon l'invention, le gaz de dilution à utiliser pour former la couche intermédiaire 302 par le procédé de décharge d'effluves ou par le procédé de pulvérisation est de préférence un gaz dit rare tel que He, Ne, Ar ou autres.

La couche intermédiaire 302 selon l'invention est formée avec soin afin que les caractéristiques demandées puissent être obtenues exactement comme souhaité.

Une substance constituée d'atomes de silicium (Si), d'atomes d'oxygène (O) et d'atomes d'hydrogène (H) peut avoir une structure comprise entre un état cristallin et un état amorphe, selon les conditions de préparation, peut présenter des propriétés électriques comprises entre l'électroconduction et l'isolation en passant par la semi-conduction, et peut avoir des propriétés comprises entre la photoconduction et la non-conduction, respectivement. Par conséquent, selon l'invention, les conditions sont choisies rigoureusement pour préparer un $\text{a}-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y:\text{H}_{1-y}$ non-photoconducteur dans la bande spectrale dite visible.

Etant donné que la fonction de $\text{a}-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y:\text{H}_{1-y}$ constituant la couche intermédiaire 302 selon l'invention est d'empêcher la pénétration de porteurs provenant du côté du support 301 dans la couche photoconductrice 303, tout en permettant aux photoporteurs engendrés dans la couche photoconductrice 303 de migrer et de passer aisément à tra-

vers cette couche vers le côté du support 301, il est souhaitable que la couche intermédiaire 302 soit formée de manière à avoir un comportement isolant dans la bande spectrale visible.

- 5 Comme autre élément critique faisant partie des conditions de préparation de $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y\text{H}_{1-y}$ pour obtenir une valeur de mobilité, envers les porteurs passants, telle que le passage des photoporteurs engendrés dans la couche photoconductrice 303 puisse s'effectuer en douceur à travers
10 la couche intermédiaire 302, on peut mentionner la température du support pendant sa préparation.

- En d'autres termes, lors de la formation d'une couche intermédiaire 302 constituée de $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y\text{H}_{1-y}$ sur la surface du support 301, la température de ce dernier
15 pendant la formation de la couche est un facteur important affectant la structure et les caractéristiques de la couche formée. Selon l'invention, la température du support pendant la formation de la couche est contrôlée rigoureusement afin que du $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y\text{H}_{1-y}$ ayant les caractéristiques
20 souhaitées puisse être préparé exactement comme désiré.

- Pour atteindre efficacement les objectifs de la présente invention, la température du support pendant la formation de la couche intermédiaire 302, cette température étant convenablement choisie dans une plage optimale
25 qui dépend du procédé utilisé pour la formation de la couche intermédiaire 302, est généralement comprise entre 100 et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C.

- Pour la formation de la couche intermédiaire 302, il est avantageux d'adopter un procédé à décharge d'effluves
30 ou un procédé de pulvérisation-réaction, car ces procédés permettent de contrôler rigoureusement les rapports atomiques constituant chaque couche ou les épaisseurs des couches, d'une façon relativement aisée par rapport à d'autres procédés, et il est possible de former en continu la couche
35 photoconductrice 303 sur la couche intermédiaire 302, ainsi qu'une troisième couche formée sur la couche photoconductrice 303, dans le même appareil, si cela est souhaité. Dans le cas de la formation de la couche intermédiaire 302 par

la mise en oeuvre de ces procédés, la puissance de décharge utilisée pendant la formation de la couche peut également être citée, au même titre que la température du support comme indiqué ci-dessus, comme facteur important influen-

5 çant les caractéristiques du $a-(Si_xO_{1-x})_y:H_{1-y}$ à préparer.

Dans ces procédés de préparation de la couche intermédiaire, la puissance de décharge utilisée pour préparer efficacement et avec une bonne productivité du $a-(Si_xO_{1-x})_y:H_{1-y}$ ayant des caractéristiques permettant

10 d'atteindre les objectifs de l'invention est généralement comprise entre 1 et 300W, de préférence entre 2 et 150W. La pression gazeuse dans la chambre de déposition est généralement comprise entre 400.10^{-3} Pa et 666,5 Pa, et de préférence entre 1066.10^{-3} et 66,5 Pa.

15 Les teneurs en atomes de carbone et en atomes d'hydrogène de la couche intermédiaire 302 de l'élément photoconducteur 300 selon l'invention sont également des facteurs importants pour donner à la couche intermédiaire 302 les caractéristiques souhaitées permettant d'atteindre

20 les objectifs de l'invention, au même titre que les conditions de préparation de la couche intermédiaire 302.

La teneur en atomes d'oxygène (O) de la couche intermédiaire 302 selon l'invention est généralement comprise entre 39 et 66 %, de préférence entre 42 et 64 %, en pourcentage atomique. De même pour la teneur en atomes

25 d'hydrogène (H), cette dernière est généralement comprise entre 2 et 35 %, et de préférence entre 5 et 30 %. L'élément photoconducteur ayant la teneur en atomes d'hydrogène comprise dans la plage spécifiée est suffisamment utile pour

30 convenir à des applications pratiques.

En utilisant les termes de la représentation $a-(Si_xO_{1-x})_y:H_{1-y}$ indiquée précédemment, x est généralement compris entre 0,33 et 0,40, de préférence entre 0,33 et 0,37, et y est généralement compris entre 0,98 et 0,65, de pré-

35 férence entre 0,95 et 0,70.

L'épaisseur de la couche intermédiaire 302 selon l'invention constitue également un autre facteur important pour atteindre efficacement les objectifs de l'invention et

il est souhaitable qu'elle soit comprise dans la même plage de valeur numérique que celle indiquée pour la couche intermédiaire 102 de la figure 1.

La figure 4 est une coupe schématique d'une autre forme de réalisation dans laquelle la constitution stratifiée de l'élément photoconducteur montré sur la figure 3 est modifiée.

L'élément photoconducteur 400 montré sur la figure 4 présente la même structure stratifiée que celle de l'élément photoconducteur 300 représenté sur la figure 3, sauf qu'une couche supérieure 405, assumant la même fonction que la couche intermédiaire 402, est appliquée sur la couche photoconductrice 403.

En d'autres termes, l'élément photoconducteur 400 comporte une couche intermédiaire 402 réalisée dans la même matière $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y:\text{H}_{1-y}$ que celle utilisée pour la couche intermédiaire 302 afin d'assumer la même fonction que celle de cette couche intermédiaire 302, la couche intermédiaire 402 étant formée sur le support 401 qui est analogue au support 101. L'élément photoconducteur comporte également une couche photoconductrice 403 constituée de $a\text{-Si:H}$ analogue à celui des couches photoconductrices 103 et 203, et une couche supérieure 405 présentant une surface libre 404 et appliquée sur ladite couche photoconductrice 402.

La couche supérieure 405 assume la même fonction que la couche supérieure 205 montrée sur la figure 2.

La couche supérieure 405 peut être constituée de $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y:\text{H}_{1-y}$ ayant les mêmes caractéristiques que celles de la couche intermédiaire 402. En variante, la couche supérieure 405 peut être constituée d'une matière amorphe comprenant des atomes de silicium (Si) et des atomes d'azote (N) ou des atomes d'oxygène (O) qui forment la matrice constituant la couche photoconductrice, ou bien cette matière amorphe pouvant comprendre des atomes formant une matrice qui contient en outre des atomes d'hydrogène, telle que $a\text{-Si}_x\text{N}_{1-a}$, $(a\text{-Si}_a\text{N}_{1-a})_b:\text{H}_{1-b}$, $a\text{-Si}_c\text{C}_{1-c}$, $(a\text{-Si}_c\text{C}_{1-c})_d:\text{H}_{1-d}$ et autres ; une matière isolante organique telle que Al_2O_3 ou autres ; ou des matières isolantes organiques telles que des polyesters, du poly-p-xylylène, des polyuréthanes et

autres. Cependant, pour des raisons de productivité et de production en grande série ainsi que pour des raisons de stabilité électrique et de stabilité dans le milieu environnant pendant l'utilisation, la matière constituant la

5 couche supérieure 405 est avantageusement $a-(\text{Si}_a\text{N}_{1-a})_b:\text{H}_{1-b}$, $a-(\text{Si}_c\text{C}_{1-c})_d:\text{H}_{1-d}$, $a-\text{Si}_a\text{N}_{1-a}$ ne contenant pas d'atomes d'hydrogène, ou bien $a-\text{Si}_x\text{C}_{1-x}$ ne contenant pas non plus d'atome d'hydrogène.

Outre celles mentionnées ci-dessus, d'autres

10 matières convenant à la constitution de la couche supérieure 405 peuvent comprendre des matières amorphes contenant, comme matrice, au moins deux des éléments C, N et O ainsi que des atomes de silicium, et contenant également des atomes d'halogènes seuls, ou des atomes d'halogènes et des

15 atomes d'hydrogène.

Comme atome d'halogène, on peut mentionner F, Cl, Br, etc., mais une matière amorphe contenant F est efficace en ce qui concerne la stabilité thermique.

La figure 5 est une coupe schématique d'une autre

20 forme de réalisation de l'élément photoconducteur selon l'invention.

L'élément photoconducteur 500 représenté sur la figure 5 présente une structure stratifiée comprenant un support 501 pour cet élément photoconducteur, une couche

25 intermédiaire 502 appliquée sur le support et une couche photoconductrice 503 appliquée en contact direct sur la couche intermédiaire 502.

Le support 501 et la couche photoconductrice 503 sont constitués des mêmes matières que celles décrites

30 le support 101 et la couche photoconductrice 103 montrés sur la figure 1, respectivement.

La couche intermédiaire 502 est constituée d'une matière amorphe non photoconductrice contenant, comme matrice, des atomes de silicium et des atomes d'oxygène, et contenant

35 également des atomes d'halogènes (X) [cette matière étant désignée ci-après " $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y:\text{X}_{1-y}$ ", où $0 < x < 1$, $0 < y < 1$.

La couche intermédiaire 502 constituée de $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y:\text{X}_{1-y}$ peut être formée par le même procédé que

celui décrit pour la formation de la couche intermédiaire 302 de la figure 3, par exemple un procédé à décharge d'effluves, un procédé de pulvérisation, un procédé d'implantation ionique, un procédé de pulvérisation ionique, 5 un procédé à faisceau électronique et autres.

Pour la formation de la couche intermédiaire 502 par le procédé à décharge d'effluves, un gaz de départ pour la formation de $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y\text{:X}_{1-y}$, qui peut être mélangé, le cas échéant, à un gaz de dilution, en proportions pré- 10 déterminées, est introduit dans la chambre de déposition sous vide dans laquelle le support 501 est placé, et un plasma gazeux est produit par déclenchement d'une décharge d'effluves du gaz introduit pour effectuer une déposition de $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y\text{:X}_{1-y}$ sur le support précité 501.

15 Comme gaz de départ à utiliser pour la formation de $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y\text{:X}_{1-y}$, la plupart des substances gazeuses ou des produits gazéifiés provenant de substances gazéifiables contenant au moins l'un des éléments Si, O et X, comme atomes constitutifs, peuvent convenir.

20 Lorsqu'un gaz de départ contenant du Si comme atomes constitutifs doit être utilisé, il est possible d'employer un mélange de gaz de départ contenant du Si comme atome constitutif, d'un gaz de départ contenant de l'oxygène comme atome constitutif et d'un gaz contenant 25 X comme atome constitutif, dans des proportions de mélange souhaitées. En variante, un mélange d'un gaz de départ contenant Si comme atome constitutif et d'un gaz de départ contenant O et X comme atomes constitutifs, dans des proportions de mélange souhaitées, peut également être utilisé.

30 Il est en outre également possible d'utiliser un mélange d'un gaz de départ contenant Si comme atomes constitutifs et d'un gaz de départ contenant les trois atomes Si, O et X comme constituants.

Selon un autre procédé, il est aussi possible 35 d'utiliser un mélange d'un gaz de départ contenant Si et X comme atomes constitutifs et d'un gaz de départ contenant O comme atome constitutif.

Selon l'invention, des atomes d'halogènes (X) préférés sont F, Cl, Br et I, en particulier F et Cl.

Dans la présente invention, la couche intermédiaire 502, constituée de $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y:\text{X}_{1-y}$, peut contenir en outre des atomes d'hydrogène (H) incorporés dans cette couche.

Dans le cas d'une structure stratifiée dans la couche intermédiaire 502 de laquelle des atomes d'hydrogène sont incorporés, il est avantageux, pour des coûts de production, qu'une partie des gaz de départ puisse être couramment utilisée pour la formation continue de couches après la formation de la couche photoconductrice 503.

10 Selon l'invention, les gaz de départ qui peuvent être utilisés efficacement pour former la couche intermédiaire 502 sont ceux qui sont gazeux à la température normale et sous la pression normale, ou qui peuvent être aisément gazéifiés.

15 De telles matières convenant à la formation de la couche intermédiaire peuvent comprendre, par exemple, de l'oxygène (O_2), de l'ozone (O_3), des alkylsiloxanes inférieurs, un halogène, des halogénures d'hydrogène, des composés interhalogénés, des halogénures de silicium, des
20 hydrures de silicium substitués par un halogène, etc.

En particulier, on peut utiliser des alkylsiloxanes inférieurs tels que du disiloxane ($\text{H}_3\text{SiOSiH}_3$) et du trisiloxane ($\text{H}_3\text{SiOSiH}_2\text{OSiH}_3$), un halogène tel que des gaz halogénés de fluor, de chlore, de brome et d'iode ; des halogénures d'hydrogène tels que HF, HI, HCl, HBr, etc. ; des
25 composés interhalogénés tels que BrF , ClF , ClF_3 , ClF_5 , BrF_5 , BrF_3 , IF_7 , IF_5 , ICl , IBr , etc. ; des halogénures de silicium tels que SiF_4 , Si_2F_6 , SiCl_4 , SiCl_3Br , SiCl_2Br_2 , SiClBr_3 , SiCl_3I , SiBr_4 , etc. ; des hydrures de silicium substitués
30 par un halogène tels que SiH_2F_2 , SiH_2Cl_2 , SiHCl_3 , SiH_3Cl , SiH_3Br , SiH_2Br_2 , SiHBr_3 ; et des silanes tels que SiH_4 , Si_2H_6 , Si_3H_8 , Si_4H_{10} et autres.

Les matières de départ pour la formation de ces couches intermédiaires sont choisies et utilisées de manière
35 que les atomes de silicium (Si), les atomes d'oxygène (O) et les atomes d'halogènes (X) et, si cela est nécessaire, des atomes d'hydrogène (H) puissent être incorporés dans des proportions prédéterminées dans la couche intermédiaire à

former.

Par exemple, une couche intermédiaire constituée de $a\text{-Si}_x\text{O}_{1-x}:\text{Cl}:\text{H}$ peut être obtenue par l'introduction de $\text{H}_3\text{SiOSiH}_3$, qui peut former aisément une couche intermédiaire
5 ayant des caractéristiques souhaitées, contenant des atomes de silicium, des atomes d'oxygène et des atomes d'hydrogène, et d'un gaz tel que SiHCl_3 , SiCl_4 , SiH_2Cl_2 , SiH_3Cl et autres destiné à l'incorporation d'atomes d'halogènes, en un rapport de mélange prédéterminé, à l'état gazeux, dans l'appareil
10 pour la formation de la couche intermédiaire, une décharge d'effluves étant ensuite déclenchée dans l'appareil.

Pour former la couche intermédiaire 502 par un procédé de pulvérisation-réaction, on peut utiliser une pastille de silicium monocristallin ou polycristallin, une
15 pastille de SiO_2 ou une pastille contenant Si et SiO_2 en mélange, comme cible, et on peut effectuer une pulvérisation sur ces pastilles sous diverses atmosphères gazeuses contenant des atomes d'halogènes (X) et, si cela est nécessaire, de l'hydrogène comme éléments constitutifs.

Par exemple, lorsqu'on utilise comme cible une pastille de Si, le gaz de départ pour l'introduction d'atomes d'oxygène (O) et d'atomes d'halogènes (X), qui peut être dilué, le cas échéant, avec un gaz de dilution, si cela est souhaité, est introduit dans la chambre de déposition pour pulvérisation afin d'y former un plasma gazeux
25 et une pulvérisation sur la pastille précitée de Si. Dans d'autres procédés, par l'utilisation de cibles séparées de Si et de SiO_2 ou d'une feuille d'un mélange moulé de Si et de SiO_2 , on peut effectuer une pulvérisation sous atmosphère gazeuse contenant au moins des atomes d'halogènes.
30

Comme gaz de départ pour l'introduction d'atomes d'oxygène (O) et d'atomes d'halogènes (X) et, si cela est nécessaire, d'atomes d'hydrogène (H), on peut utiliser les gaz de départ indiqués à titre d'exemple dans le procédé
35 à décharge d'effluves, mentionné précédemment, ces gaz convenant aussi efficacement à une pulvérisation.

Selon l'invention, le gaz de dilution à utiliser pour former la couche intermédiaire 502 par le procédé à

décharge d'effluves ou par le procédé de pulvérisation est de préférence un gaz dit rare tel que He, Ne, Ar ou autres.

La couche intermédiaire 502 selon l'invention est formée avec soin afin que les caractéristiques demandées
5 puissent être obtenues exactement comme souhaité.

Une substance constituée d'atomes de silicium (Si), d'atomes d'oxygène (O) et d'atomes d'halogènes (X) et, si cela est nécessaire, d'atomes d'hydrogène (H), peut prendre structurellement une forme comprise entre un état cristal-
10 lin et un état amorphe, suivant les conditions de préparation, peut présenter des propriétés électriques s'étendant de l'électroconduction à l'isolation en passant par la semi-conduction, et des propriétés comprises entre la photoconduction et la non-conduction, respectivement. Par conséquent,
15 selon l'invention, les conditions sont rigoureusement choisies pour préparer du $a-(Si_xO_{1-x})_y:H_{1-y}$ non-photoconducteur dans les conditions à utiliser, pour parvenir aux objectifs de l'invention.

Etant donné que la fonction de la couche intermédiaire 502 est la même que celle de la couche intermédiaire indiquée précédemment, il est souhaitable que $a-(Si_xO_{1-x})_y:X_{1-y}$ constituant la couche intermédiaire 502 selon l'invention soit préparé afin d'être électriquement isolant.

$a-(Si_xO_{1-x})_y:X_{1-y}$ est préparé de manière à posséder une valeur de mobilité, envers les porteurs passants, telle que le passage des photoporteurs, engendrés dans la couche photoconductrice 503, puisse s'effectuer en douceur à travers la couche intermédiaire 502. On peut mentionner également, comme élément important des conditions de préparation de $a-(Si_xO_{1-x})_y:X_{1-y}$ ayant les caractéristiques
30 précitées, la température du support pendant sa préparation. Selon l'invention, la température du support pendant la formation de la couche est réglée rigoureusement afin que l'on puisse préparer exactement comme souhaité le
35 $a-(Si_xO_{1-x})_y:X_{1-y}$ ayant les caractéristiques souhaitées.

Pour parvenir efficacement aux objectifs de la présente invention, la température du support pendant la formation de la couche intermédiaire 502, cette température

étant convenablement et avantageusement choisie dans une plage optimale qui dépend du procédé utilisé pour la formation de la couche intermédiaire 502, est généralement comprise entre 100 et 300°C, de préférence entre 150 et 250°C.

5 Pour former la couche intermédiaire 502, il est avantageux d'adopter un procédé de décharge d'effluves ou un procédé de pulvérisation, car ces procédés permettent un contrôle rigoureux des rapports atomiques constituant chaque couche ou de l'épaisseur des couches, d'une manière
10 relativement aisée par rapport à d'autres procédés, et il est possible de former en continu la couche photoconductrice 503 sur la couche intermédiaire 502, ainsi qu'une troisième couche à réaliser sur la couche photoconductrice 503, dans le même appareil, si cela est souhaité. Dans le cas de la
15 formation de la couche intermédiaire 502 par ces procédés, la puissance de décharge et la pression du gaz utilisées pendant la formation de la couche peuvent également être citées, au même titre que la température du support comme indiqué précédemment, comme facteurs importants influençant
20 les caractéristiques du $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y:\text{X}_{1-y}$ à préparer.

Dans ces procédés de préparation de la couche intermédiaire, la puissance de décharge pour préparer efficacement, avec une bonne productivité, du $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y:\text{X}_{1-y}$ ayant des caractéristiques permettant d'atteindre l'objectif
25 de l'invention est généralement comprise entre 10 et 300W, de préférence entre 20 et 150W. La pression du gaz dans la chambre de déposition est généralement comprise entre 400.10^{-3} et 666,5 Pa, de préférence entre 1066.10^{-3} et 66,5 Pa.

30 Les teneurs en atomes d'oxygène (O) et en atomes d'halogènes (X) de la couche intermédiaire 502 de l'élément photoconducteur selon l'invention sont également des facteurs importants pour former une couche intermédiaire 502 ayant les caractéristiques souhaitées pour atteindre les
35 objectifs de l'invention, au même titre que les conditions de préparation de la couche intermédiaire 502.

La teneur en atomes d'oxygène (O) dans la couche intermédiaire 502 selon l'invention est généralement comprise

entre 48 et 66 %, de préférence entre 51 et 66 %, en pourcentage atomique. De même pour la teneur en atomes d'halogènes (X), elle est généralement comprise entre 1 et 20 %, et de préférence entre 2 et 15 %. L'élément photoconducteur
5 formé avec une teneur en atomes d'halogènes (X) dans la plage spécifiée peut être suffisamment utile pour convenir à des applications pratiques. En ce qui concerne la teneur en atomes d'hydrogène (H), si cela est nécessaire, elle est généralement de 19 % ou moins, et de préférence de 13 % ou
10 moins, en pourcentage atomique.

En utilisant les termes de la représentation $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y:\text{X}_{1-y}$ indiquée précédemment, x est généralement compris entre 0,33 et 0,40, de préférence entre 0,33 et 0,37, et y est généralement compris entre 0,99 et 0,80, de
15 préférence entre 0,98 et 0,85.

Lorsque des atomes d'halogènes et des atomes d'hydrogène sont incorporés, les plages des valeurs numériques pour x et y , considérés dans la représentation $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y:(\text{H}+\text{X})_{1-y}$, sont sensiblement les mêmes que
20 celles données dans le cas de $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y:\text{X}_{1-y}$.

L'épaisseur de la couche intermédiaire 502 selon l'invention constitue un autre facteur important pour atteindre efficacement les objectifs de l'invention et il est souhaitable que cette épaisseur soit comprise dans la même
25 plage de valeurs numériques que celle indiquée pour les couches intermédiaires décrites précédemment.

La figure 6 est une coupe schématique d'une autre forme de réalisation de l'invention dans laquelle la constitution stratifiée de l'élément photoconducteur montré
30 sur la figure 5 est modifiée.

L'élément photoconducteur 600 représenté sur la figure 6 présente la même structure stratifiée que celle de l'élément photoconducteur 500 montré sur la figure 5, sauf qu'une couche supérieure 605, assumant la même fonction que
35 la couche intermédiaire 602, est appliquée sur la couche photoconductrice 603.

En d'autres termes, l'élément photoconducteur 600 comporte une couche intermédiaire 602 réalisée dans la même matière que celle constituant la couche intermédiaire 502

afin d'assumer la même fonction que cette dernière, cette couche intermédiaire 602 étant appliquée sur le support 601, une couche photoconductrice 603 constituée de a-Si:H analogue à celui de la couche photoconductrice 503, et la
 5 couche supérieure 605 qui présente une surface libre 604 et qui est appliquée sur la couche photoconductrice 603.

La couche supérieure 605 assume la même fonction que la couche supérieure 205 montrée sur la figure 2 ou que la couche supérieure 405 montrée sur la figure 4.

10 La couche supérieure 605 présente les mêmes caractéristiques que la couche intermédiaire 602 et elle est constituée de $a-(Si_xO_{1-x})_y:X_{1-y}$ qui peut contenir des atomes d'hydrogène, si cela est nécessaire. En variante, la
 15 couche supérieure 605 peut être constituée d'une matière amorphe comprenant des atomes de silicium (Si), des atomes de carbone (C) et des atomes d'azote (N) ou des atomes d'oxygène (O) qui forment une matrice constituant la couche photoconductrice 603, ou bien elle peut être constituée
 20 de cette matrice d'atomes qui contient en outre des atomes d'hydrogène et/ou des atomes d'halogènes, tels que $a-Si_aN_{1-a}$, $a-(Si_aN_{1-a})_b:H_{1-b}$, $a-(Si_aN_{1-a})_b:(H+X)_{1-b}$, $a-Si_cC_{1-c}$, $a-(Si_cC_{1-c})_d:H_{1-d}$, $a-(Si_cC_{1-c})_d:(H+X)_{1-d}$, $a-Si_zO_{1-z}$, $a-(Si_eN_{1-e})_f:X_{1-f}$, $(a-Si_gC_{1-g}):X_{1-h}$ et autres ;
 25 d'une matière amorphe contenant cette matrice d'atomes ainsi que des atomes d'hydrogène et/ou des atomes d'halogènes ; d'une matière isolante inorganique telle que Al_2O_3 et autres ; ou d'une matière isolante organique telle que des polyesters, du poly-p-xylylène et des polyuréthannes, etc.

Cependant, pour des raisons de productivité, de
 30 production en grande série et pour des raisons de stabilité électrique et de stabilité dans le milieu environnant pendant l'utilisation, la matière constituant la couche supérieure 605 est avantageusement composée de $a-(Si_xO_{1-x})_y:X_{1-y}$, $a-(Si_aN_{1-a})_b:H_{1-b}$, $a-(Si_aN_{1-a})_b:(H+X)_{1-b}$, $a-(Si_cN_{1-c}):H_{1-d}$,
 35 $a-(Si_cC_{1-c})_d:(H+X)_{1-d}$, $a-(Si_eN_{1-e})_f:X_{1-f}$, ou $a-(Si_gC_{1-g})_h:X_{1-h}$, ou $a-Si_cC_{1-c}$ ne contenant pas d'atomes d'halogènes ni d'atomes d'hydrogène, ou bien de $a-Si_aN_{1-a}$ ne contenant pas d'atomes d'halogènes ni d'atomes d'hydrogène. Comme matières consti-

tuant la couche supérieure 605 et s'ajoutant à celle indiquée ci-dessus, on peut utiliser de préférence des matières amorphes possédant des atomes de silicium et au moins deux atomes des éléments Si, C, N et O comme matrice, et contenant
5 des atomes d'halogènes (X) seuls, ou bien des atomes d'halogènes (X) et des atomes d'hydrogène (H). Comme atomes d'halogènes (X), on peut mentionner F, Cl, Br et autres, mais parmi les matières amorphes indiquées précédemment, celles contenant F sont efficaces du point de vue de la
10 stabilité thermique.

La figure 7 est une coupe schématique d'une autre forme fondamentale de réalisation de l'élément photoconducteur selon l'invention.

L'élément photoconducteur 700 représenté sur la
15 figure 7 possède une structure stratifiée comprenant un support 701 destiné à cet élément photoconducteur, une couche intermédiaire 702 appliquée sur le support et analogue à la couche intermédiaire décrite précédemment, et une couche photoconductrice 703 appliquée en contact direct
20 sur la couche intermédiaire 702.

Le support 701 et la couche intermédiaire 702 sont réalisés dans les mêmes matières que celles utilisées pour le support 101 et la couche intermédiaire 102 montrés sur la figure 1, respectivement, et ils peuvent être préparés par le même procédé et dans les mêmes conditions que
25 celles indiquées pour le support 101 et la couche 102, respectivement.

Pour atteindre efficacement les objectifs de l'invention, la couche photoconductrice 703 appliquée sur
30 la couche intermédiaire 702 est constituée de a-Si:X ayant les caractéristiques semiconductrices indiquées ci-dessous :

⑥ a-Si:X du type p ... contenant uniquement un accepteur ou contenant à la fois un donneur et un accepteur avec une plus forte concentration d'accepteur (Na).

35 ⑦ a-Si:X du type p⁻ ... un type de ⑥ qui contient un accepteur à faible concentration (Na), par exemple qui est dopé très légèrement avec des impuretés dites du type p.

⑧ a-Si:X du type n ... contient uniquement un donneur ou contient à la fois un donneur et un accepteur avec une plus forte concentration de donneur (Nd).

⑨ a-Si:X du type n⁻ ... un type de ⑧ qui
5 contient un donneur à faible concentration (Nd), par exemple qui est dopé très légèrement avec des impuretés du type n ou qui n'est pas dopé.

⑩ a-Si:X du type i ... où $Na \approx Nd \approx 0$ ou $Na \approx Nd$.

Selon l'invention, étant donné que a-Si:X, constituant la couche photoconductrice 703, repose sur le support par l'intermédiaire de la couche 702, cette matière peut avoir une résistivité électrique relativement faible. Cependant, pour l'obtention des meilleurs résultats, la
10 résistivité d'obscurité de la couche photoconductrice 703 formée peut être avantageusement de $5 \cdot 10^9$ ohms.cm ou plus, et de préférence de 10^{10} ohms.cm ou plus.
15

En particulier, les valeurs numériques de la résistivité d'obscurité constituent un facteur important lorsque l'élément photoconducteur préparé est utilisé comme
20 élément de formation d'image pour électrophotographie, comme dispositif de lecture à haute sensibilité ou comme dispositif de prise de vues à utiliser sous de faibles conditions d'éclairement, ou encore comme convertisseur photo-électrique.

25 Des exemples typiques d'atomes d'halogènes (X) incorporés dans la couche photoconductrice 703 selon l'invention peuvent comprendre du fluor, du chlore, du brome et de l'iode. Parmi ces substances, le fluor et le chlore sont particulièrement préférés.

30 L'expression "X contenu ou incorporé dans la couche" mentionnée dans le présent mémoire désigne l'état dans lequel "X est lié à Si", ou dans lequel "X est ionisé afin d'être incorporé dans la couche", ou dans lequel "X est incorporé sous une forme de X_2 dans la couche", ou
35 bien un état combinant les états indiqués ci-dessus.

Selon l'invention, la couche constituée de a-Si:X est formée par le procédé de déposition sous vide utilisant un phénomène de décharge tel que le procédé à décharge

d'effluves, le procédé de pulvérisation, le procédé de pulvérisation ionique et autres. Par exemple, pour former une couche a-Si:X par le procédé à décharge d'effluves, un gaz de départ destiné à introduire des atomes d'halogènes, ainsi qu'un gaz de départ capable de fournir des atomes de silicium (Si) sont introduits dans une chambre de déposition dont la pression intérieure est réduite, et une décharge d'effluves est déclenchée dans cette chambre afin qu'il se forme une couche de a-Si:X sur la surface de la couche intermédiaire formée sur le support qui a été placé au préalable dans une position prédéterminée à l'intérieur de la chambre. Lorsque la couche est formée par le procédé de pulvérisation, un gaz destiné à introduire des atomes d'halogènes peut être introduit dans la chambre de déposition lorsqu'une pulvérisation doit être effectuée sur une cible de silicium, dans une atmosphère constituée d'un gaz inerte tel que Ar ou He, ou bien d'un mélange gazeux composé principalement de ces gaz.

Le gaz de départ fournissant du Si à utiliser selon l'invention peut comprendre ceux indiqués ci-dessus pour la formation de la couche photoconductrice 103 montrée sur la figure 1.

Selon l'invention, les gaz de départ permettant d'introduire efficacement des atomes d'halogènes peuvent comprendre un certain nombre de composés halogénés, de préférence des composés halogénés gazeux ou gazéifiables tels que, par exemple, des gaz d'halogènes, des halogénures, des composés interhalogénés et des dérivés de silane substitués par un halogène.

Il est également possible d'utiliser efficacement un composé de silicium contenant des atomes d'halogènes et capable de fournir simultanément des atomes de silicium (Si) et des atomes d'halogènes (X).

Les composés halogénés utilisés de préférence dans la présente invention sont des gaz halogénés tels que le fluor, le chlore, le brome et l'iode ; des composés interhalogénés tels que BrF, ClF, ClF₃, BrF₅, BrF₃, IF₇, IF₅, ICl, IBr et autres.

Comme composé de silicium contenant des atomes d'halogènes, à savoir un dérivé de silane substitué par un halogène, des halogénures de silicium tels que SiF_4 , Si_2F_6 , SiCl_4 , SiBr_4 et autres sont préférés.

5 Lorsque la couche photoconductrice 703 est formée par la mise en oeuvre d'un procédé à décharge d'effluves avec utilisation d'un tel composé de silicium contenant un halogène, une couche photoconductrice de $\text{a-Si}_x\text{:X}$ peut être formée sur un support prédéterminé, sans utilisation de
10 silane gazeux comme gaz de départ capable de fournir du Si.

Lors de la formation de la couche photoconductrice de a-Si:X par un procédé à décharge d'effluves, les opérations fondamentales consistent à introduire un halogénure
15 de silicium gazeux de départ destiné à fournir du Si, ainsi qu'un gaz tel que Ar, H_2 , He ou autres, en proportion de mélange prédéterminée et à un débit d'écoulement convenable dans la chambre de déposition pour former la couche photoconductrice de a-Si:X , puis à déclencher la décharge
20 d'effluves pour former une atmosphère de plasma avec ces gaz et produire ainsi une couche photoconductrice de a-Si:X en contact avec la couche intermédiaire formée sur un support. Il est aussi possible de mélanger en outre un gaz d'un composé de silicium contenant des atomes d'hydrogène avec ces
25 gaz, en quantité convenable.

Chacun de ces gaz peut être utilisé non seulement sous la forme d'un gaz d'un seul type, mais en mélange avec plusieurs types de gaz, dans des proportions prédéterminées. Lors de la formation de la couche photoconductrice de a-Si:X
30 par un procédé de pulvérisation-réaction ou par un procédé de pulvérisation ionique, par exemple dans le cas du procédé de pulvérisation, cette dernière peut être effectuée avec utilisation d'une cible de Si sous atmosphère de plasma. Dans le cas du procédé de pulvérisation ionique, du silicium polycristallin ou du silicium monocristallin est uti-
35 lisé comme source dans une nacelle de déposition de vapeur, laquelle source de silicium est vaporisée par chauffage, conformément à un procédé de chauffage par effet Joule, ou

bien par un procédé à faisceau électronique, ce qui permet aux vapeurs s'échappant de la nacelle de traverser une atmosphère constituée de plasma gazeux.

Dans le procédé de pulvérisation dans l'un ou
5 l'autre des procédés de pulvérisation, ionique ou non, des atomes d'halogènes peuvent être introduits dans la couche à former par introduction d'un gaz du composé halogéné précité ou du composé de silicium contenant un halogène, précité, dans la chambre de déposition pour y former une
10 atmosphère de plasma à partir de ce gaz.

Selon l'invention, les composés halogénés précédents ou les composés de silicium contenant un halogène précités peuvent être utilisés efficacement. De plus, il est aussi possible d'utiliser, comme substance efficace
15 pour la formation de la couche photoconductrice, un halogénure gazeux ou gazéifiable contenant de l'hydrogène en tant que l'un de ses éléments constitutifs, par exemple des halogénures d'hydrogène tels que HF, HCl, HBr, HI et autres ; des silanes substitués par un halogène tels que SiH_2F_2 ,
20 SiH_2Cl_2 , SiHCl_3 , SiH_2Br_2 , SiHBr_3 et autres.

Selon l'invention, ces halogénures contenant des atomes d'hydrogène peuvent être utilisés, de préférence, comme gaz de départ pour l'introduction d'atomes d'halogènes, car ils peuvent également introduire des atomes d'hydrogène,
25 ce qui permet de contrôler très efficacement les caractéristiques électriques ou photoconductrices, en même temps que l'introduction d'atomes d'halogènes dans la couche photoconductrice.

En variante, pour incorporer des atomes d'hydro-
30 gène structurellement dans la couche photoconductrice de a-Si:X, il est aussi possible d'utiliser des matières autres que celles indiquées ci-dessus, telles que H_2 ou des silanes gazeux tels que SiH_4 , Si_2H_6 , Si_3H_8 , Si_4H_{10} , et autres. On peut permettre à ces gaz de coexister avec un composé de
35 silicium pour la formation de Si dans la chambre de déposition pour y produire une décharge.

Par exemple, dans un procédé de pulvérisation-réaction, une cible de Si est utilisée et un gaz d'apport

d'atomes d'halogènes et du H_2 gazeux ainsi que, si cela est nécessaire, un gaz inerte tel que He, Ar ou autres, sont introduits dans la chambre de déposition pour y former une atmosphère de plasma, ce qui déclenche une pulvérisation sur la cible de Si précitée afin de former sur la surface d'un support une couche photoconductrice de a-Si:X ayant des caractéristiques souhaitées et renfermant des atomes d'hydrogène.

Il est également possible, en outre, d'introduire un gaz tel que B_2H_6 , PH_3 , PF_3 ou autres afin qu'une addition d'impuretés puisse être effectuée simultanément.

Selon l'invention, la teneur en atomes d'halogènes ou les teneurs totales en atomes d'halogènes (X) et en atomes d'hydrogène (H) de la couche photoconductrice est généralement comprise entre 1 et 40 %, et de préférence entre 5 et 30 %.

La teneur en atomes d'hydrogène (H) de la couche peut être ajustée à l'aide de la température du support pendant la déposition et/ou de la quantité de matière de départ pour l'incorporation d'atomes d'hydrogène (H) devant être introduite dans l'appareil de déposition, par la puissance de décharge, etc.

Pour donner à la couche photoconductrice le type n ou le type p, une impureté du type p ou du type n, ou des impuretés des deux types peuvent être ajoutées à la couche en quantité dosée, pendant la formation de cette couche par le procédé à décharge d'effluves, le procédé de pulvérisation-réaction ou autres.

Comme impureté de dopage à introduire dans la couche photoconductrice pour lui conférer le type p, on peut mentionner de préférence des éléments du Groupe III A du Tableau Périodique, par exemple B, Al, Ga, In, Tl et autres.

Par ailleurs, pour obtenir le type n, on peut utiliser de préférence des éléments du Groupe V A du Tableau Périodique, tels que N, P, As, Sb, Bi et autres.

De plus, par exemple, il est également possible de donner à la couche le type n par l'addition interstitielle de Li ou d'autres matières par implantation ou diffusion

thermique. La quantité d'impureté à introduire dans la couche photoconductrice, qui est déterminée convenablement en fonction des caractéristiques électriques et optiques souhaitées, est cependant comprise, en proportions atomiques, entre 10^{-6} et 10^{-3} , et de préférence entre 10^{-5} et 10^{-4} dans le cas d'éléments du Groupe III A du Tableau Périodique, et entre 10^{-8} et 10^{-3} , et de préférence entre 10^{-8} et 10^{-4} dans le cas d'éléments du Groupe V A du Tableau Périodique.

La figure 8 est une coupe schématique d'une autre forme de réalisation de l'élément photoconducteur selon l'invention dans lequel la structure stratifiée montrée sur la figure 7 est modifiée. L'élément photoconducteur 800 représenté sur la figure 8 possède la même structure stratifiée que l'élément photoconducteur 700 représenté sur la figure 7, sauf qu'une couche supérieure 805, assumant la même fonction que la couche intermédiaire 802, est appliquée sur la couche photoconductrice 803.

En d'autres termes, l'élément photoconducteur 800 comporte une couche intermédiaire 802 réalisée dans la même matière, $a\text{-Si}_x\text{O}_{1-x}$, que celle constituant la couche intermédiaire 702 afin d'assumer la même fonction que cette couche 702, sur le support 801, une couche photoconductrice 803 constituée de $a\text{-Si:X}$ dans lequel H peut être introduit facultativement, d'une manière analogue à celle décrite dans le cas de la couche photoconductrice 703 montrée sur la figure 7, et la couche supérieure 805 qui présente une surface libre 804 et qui est appliquée sur la couche photoconductrice 803.

La couche supérieure 805 assume les mêmes fonctions que celles décrites précédemment pour les formes de réalisation représentées et décrites ci-dessus, et elle est constituée des mêmes matières.

La figure 9 est une coupe schématique d'une autre forme de réalisation de l'élément photoconducteur selon l'invention.

L'élément photoconducteur 900 représenté sur la figure 9 comporte une structure stratifiée comprenant un support 901 destiné à cet élément photoconducteur, une couche

intermédiaire 902 analogue à la couche intermédiaire représentée sur la figure 3 et appliquée sur le support, et une couche photoconductrice 903 appliquée en contact direct sur la couche intermédiaire 902.

5 Le support 901 peut être électroconducteur ou isolant, comme décrit précédemment pour le support des formes de réalisation décrites plus haut.

L'élément photoconducteur 1000 représenté sur la figure 10 possède la même structure stratifiée que
10 l'élément photoconducteur 900 de la figure 9, sauf qu'une couche supérieure 1005 assumant la même fonction que la couche intermédiaire 1002 est appliquée sur la couche photoconductrice 1003.

En d'autres termes, l'élément photoconducteur
15 1000 comporte une couche intermédiaire 1002 qui est réalisée dans la même matière que celle des supports des formes de réalisation décrites précédemment, à savoir $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y:\text{H}_{1-y}$, qui est la même matière que celle de la couche intermédiaire 902 afin d'assumer la
20 même fonction que cette couche 902, cette couche intermédiaire 1002 étant appliquée sur le support 1001. L'élément photoconducteur comporte également une couche photoconductrice 1003 constituée de $a\text{-Si:X}$ analogue à celui de la couche photoconductrice 703 et contenant en outre des atomes d'hydrogène (H) si cela est souhaité, et la couche
25 supérieure 1005 qui présente une surface libre 1004 et qui est appliquée sur la couche photoconductrice 1003.

La couche supérieure 1005 peut être constituée de $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y:\text{H}_{1-y}$ ayant les mêmes caractéristiques que
30 celles de la couche intermédiaire 1002. En variante, elle peut être constituée de la même matière que celle utilisée pour les couches supérieures des formes de réalisation décrites précédemment.

La figure 11 est une coupe schématique d'une
35 autre forme de réalisation de l'élément photoconducteur selon l'invention.

L'élément photoconducteur 1100 représenté sur la figure 11 possède une structure stratifiée comprenant

un support 1101 pour l'élément photoconducteur, une couche intermédiaire 1102 analogue à la couche intermédiaire 502 montrée sur la figure 5 et appliquée sur le support, et une couche photoconductrice 1103 analogue à la couche inter-
5 médiaire 703 montrée sur la figure 7 et appliquée en contact direct sur la couche intermédiaire 1102.

La figure 12 est une coupe schématique d'une autre forme de réalisation dans laquelle la structure stratifiée de l'élément photoconducteur de la figure 11
10 est modifiée.

L'élément photoconducteur 1200 représenté sur la figure 12 possède la même structure que l'élément photoconducteur 1100 montré sur la figure 11, sauf qu'une couche supérieure, assumant la même fonction que la couche inter-
15 médiaire 1202, est appliquée sur la couche photoconductrice 1203.

En d'autres termes, l'élément photoconducteur 1200 comporte une couche intermédiaire 1202 réalisée dans la même matière que la couche intermédiaire 1102 afin
20 d'assumer la même fonction, sur le support 1201, une couche photoconductrice 1203 constituée de a-Si:X analogue à celui de la couche photoconductrice 703 montrée sur la figure 7, et contenant en outre des atomes d'hydrogène, si cela est souhaité, et une couche supérieure 1205 qui présente une
25 surface libre 1204 et qui est appliquée sur la couche photoconductrice 1203.

La couche supérieure 1205 présente les mêmes caractéristiques que la couche intermédiaire 1202 et que les couches supérieures des formes de réalisation précédentes, et elle est constituée de $a-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})_y:\text{X}_{1-y}$ qui peut
30 contenir, en outre, des atomes d'hydrogène (H) et/ou des atomes d'halogènes (X), si cela est nécessaire. En variante, la couche supérieure 1205 peut être constituée d'une matière amorphe comprenant des atomes de silicium (Si), des atomes
35 de carbone (C) et des atomes d'azote (N) ou des atomes d'oxygène (O), ces atomes formant une matrice constituant la couche photoconductrice, ou bien elle peut être constituée de cette matrice d'atomes qui contient, en outre, des

atomes d'hydrogène et/ou des atomes d'halogènes, tels que
 $a\text{-Si}_a\text{N}_{1-a}$, $a\text{-(Si}_a\text{N}_{1-a})_b\text{:H}_{1-b}$, $a\text{-(Si}_a\text{N}_{1-a})_b\text{: (H+X)}_{1-b}$,
 $a\text{-Si}_c\text{C}_{1-c}$, $a\text{-(Si}_c\text{C}_{1-c})_d\text{:H}_{1-d}$, $a\text{-(Si}_c\text{C}_{1-c})_d\text{: (H+X)}_{1-d}$,
 $a\text{-Si}_z\text{O}_{1-z}$, $a\text{-(Si}_e\text{N}_{1-e})_f\text{:X}_{1-f}$, $a\text{-(Si}_g\text{C}_{1-g})_h\text{:X}_{1-h}$, et autres ;
 5 d'une matière isolante inorganique telle que Al_2O_3 ou
 autres ; ou de matières isolantes organiques telles que
 des polyesters, du poly-p-xylylène et des polyuréthannes.

L'épaisseur des couches de l'élément photoconduc-
 teur selon l'invention est déterminée convenablement en
 10 fonction des applications prévues, par exemple comme dis-
 positifs de lecture, comme dispositifs de prise de vues,
 comme éléments de formation d'image pour électrophotogra-
 phie, etc.

Selon l'invention, l'épaisseur des couches de
 15 l'élément photoconducteur peut être déterminée convenable-
 ment en fonction de l'épaisseur de la couche intermédiaire
 afin que les fonctions de la couche photoconductrice et de
 la couche intermédiaire puissent être assumées efficacement.
 Habituellement, l'épaisseur de la couche photoconductrice
 20 est de préférence comprise entre quelques centaines et
 quelques milliers de fois celle de la couche intermédiaire.
 Plus précisément, elle est généralement de l'ordre de 1 à
 100 μm , et de préférence de 2 à 50 μm .

La matière constituant la couche supérieure appli-
 25 quée sur la couche photoconductrice, ainsi que l'épaisseur
 de cette couche supérieure peuvent être déterminées avec
 soin afin que la génération de photoporteurs puisse s'effec-
 tuer avec une bonne efficacité, en permettant aux ondes
 électromagnétiques projetées d'atteindre la couche photo-
 30 conductrice en quantité suffisante, lorsque la couche photo-
 conductrice doit être utilisée de manière que les ondes
 électromagnétiques auxquelles la couche photoconductrice
 est sensible soient projetées à partir du côté de la couche
 supérieure.

35 L'épaisseur de la couche supérieure peut être
 convenablement déterminée en fonction de la matière consti-
 tuant cette couche et en fonction des conditions de formation
 de la couche afin que la fonction indiquée précédemment

puisse être assumée suffisamment. Habituellement, cette épaisseur est de l'ordre de 3 à 100 nanomètres, et de préférence de 5 à 60 nanomètres.

Lorsqu'un certain type de procédé électrophoto-
5 graphique doit être mis en oeuvre en utilisant l'élément photoconducteur selon l'invention comme élément de formation d'image pour photographie, il est également nécessaire d'appliquer en outre une couche de revêtement sur la surface libre de l'élément photoconducteur, conformément à
10 la structure stratifiée montrée sur l'une quelconque des figures 1 à 12. Cette couche de revêtement superficielle doit être isolante et elle doit avoir une aptitude suffisante à retenir des charges électrostatiques lorsqu'elle est soumise à un traitement de charge, et elle doit en
15 outre avoir une certaine épaisseur lorsqu'elle doit être utilisée dans un procédé électrophotographique tel que le système NP décrit dans les brevets des Etats-Unis d'Amérique N° 3 666 363 et N° 3 734 609. Par ailleurs, lorsqu'elle est utilisée dans un procédé électrophoto-
20 graphique tel que le procédé Carlson, la couche de revêtement superficielle doit avoir une très faible épaisseur, car le potentiel présent sur les zones claires, après formation des charges électrostatiques, doit être très faible. En plus de caractéristiques électriques satisfaisantes,
25 la couche de revêtement de surface doit avoir une influence qui ne soit pas mauvaise, à la fois physiquement et chimiquement, sur la couche photoconductrice ou sur la couche supérieure, et elle doit réaliser un bon contact électrique et une bonne adhérence sur la couche photoconductrice ou
30 sur la couche supérieure. En outre, la résistance à l'humidité, la résistance à l'abrasion, les caractéristiques de nettoyage, etc. sont également prises en compte pour former la couche de revêtement de surface.

Des exemples typiques de matières utilisées effi-
35 cacement pour former la couche de revêtement de surface peuvent comprendre du téréphtalate de polyéthylène, des polycarbonates, du polypropylène, du chlorure de polyvinyle, du chlorure de polyvinylidène, de l'alcool polyvinylique,

du polystyrène, des polyamides, du polytétrafluoréthylène, du polytrifluorochloréthylène, du fluorure de polyvinyle, du fluorure de polyvinylidène, un copolymère d'hexafluoropropylène et de tétrafluoréthylène, un copolymère de tri-
5 fluoréthylène et de fluorure de vinylidène, du polybutène, du polyvinylbutyral, des polyuréthanes, du poly-p-xylylène et d'autres matières isolantes organiques ; et des nitrures de silicium, des oxydes de silicium et d'autres matières isolantes inorganiques. Parmi ces matières, des résines
10 synthétiques ou des dérivés de cellulose peuvent être mis sous la forme d'une pellicule qui est elle-même couchée sur la couche photoconductrice ou sur la couche supérieure. En variante, des solutions de couchage de ces matières peuvent être préparées et appliquées sur la couche photo-
15 conductrice ou sur la couche supérieure pour y former une couche. L'épaisseur de la couche de revêtement de surface, qui peut être déterminée convenablement en fonction des caractéristiques souhaitées ou de la matière choisie, peut généralement être d'environ 0,5 à 70 μm . En particulier,
20 lorsque la fonction de protection, comme décrit ci-dessus, est demandée à la couche de revêtement de surface, l'épaisseur est habituellement de 10 μm ou moins. Par contre, lorsqu'une fonction comme couche isolante est nécessaire, une épaisseur de 10 μm ou plus est habituellement utilisée.
25 Cependant, la limite entre les valeurs d'épaisseur distinguant la couche de protection de la couche d'isolation électrique est variable selon le procédé électrophotographique à appliquer et la conception de l'élément de formation d'image pour électrophotographie à utiliser. Par
30 conséquent, la valeur de 10 μm indiquée ci-dessus ne doit pas être considérée comme une indication numérique absolue.

Il est également possible d'attribuer à la couche de revêtement de surface un rôle de couche antiréflexion par un choix approprié des matières, de sorte que sa fonc-
35 tion peut être davantage élargie.

EXEMPLE 1

Au moyen d'un appareil tel que montré sur la figure 13, placé dans une chambre propre qui a été complètement blindée, on prépare un élément de formation d'image pour électrophotographie par les opérations suivantes.

Un substrat 1302 de molybdène, ayant la forme d'un carré de 10 cm de côté et une épaisseur de 0,5 mm, dont la surface a été nettoyée, est fixé fermement sur un élément 1303 de fixation placé dans une position prédéterminée à l'intérieur d'une chambre 1301 de déposition. La cible 1305 est constituée de SiO_2 à haute pureté. Le substrat 1302 est chauffé par un élément chauffant 1304, disposé à l'intérieur de l'élément 1303 de fixation, avec une précision de $\pm 0,5^\circ\text{C}$. La température est mesurée directement sur la face arrière du substrat au moyen d'un thermocouple alumel-chromel. Puis, après confirmation de la fermeture de toutes les valves de l'appareil, on ouvre complètement la valve principale 1331 et on effectue une fois un vide à $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa (pendant l'application du vide, toutes les autres valves de l'appareil sont fermées). Ensuite, la tension d'entrée de l'élément chauffant 1304 est élevée par variation de la tension d'alimentation, tandis que la température du substrat est détectée jusqu'à ce qu'elle se stabilise à la valeur constante de 100°C . Cette opération est suivie de l'ouverture des valves auxiliaires 1329-1, 1329-2 et des valves de sortie 1324, 1325, 1326 et 1328 afin que les gaz soient suffisamment retirés des débitmètres 1337, 1338, 1339 et 1341, puis les valves de sortie 1324, 1325, 1326 et 1328 sont fermées. La valve 1318 de la bouteille 1313 contenant de l'argon gazeux (pureté : 99,999 %) est ouverte jusqu'à ce que le manomètre de sortie 1336 affiche une pression réglée à 100 kPa, puis on ouvre la valve d'entrée 1323, et on ouvre ensuite progressivement la valve de sortie 1328. Par ailleurs, la valve 1315 de la bouteille 1310 contenant de l'oxygène gazeux (pureté : 99,999 %) est ouverte jusqu'à ce que le manomètre 1333 affiche une pression réglée à 100 kPa, et on ouvre ensuite la valve d'entrée 1320, puis on ouvre progressivement la

valve de sortie 1325. A ce moment, le rapport des débits d'écoulement de l'oxygène gazeux à l'argon gazeux est réglé à 3:7 au moyen des vannes d'entrée 1320 et 1323.

Les vannes auxiliaires 1329-1 et 1329-2 sont
5 ouvertes jusqu'à ce que le manomètre de Pirani 1342 indique $666,5 \cdot 10^{-4}$ Pa, laquelle condition est maintenue jusqu'à ce que le débit d'écoulement soit régulier. On ferme ensuite progressivement la valve principale 1331 afin d'en réduire l'ouverture pour régler la pression intérieure
10 de la chambre à $133 \cdot 10^{-2}$ Pa. Après ouverture de l'obturateur 1308 par manoeuvre de sa tige 1306 de commande, on s'assure de la stabilisation des débitmètres 1338 et 1341, puis on met en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer un courant
15 alternatif de 13,56 MHz, correspondant à une puissance de 100W, entre la cible 1305 et l'élément 1303 de fixation. Dans ces conditions, il se forme une couche, tandis que l'équilibre est maintenu afin qu'une décharge stable puisse se prolonger. De cette manière, la décharge est prolongée
20 pendant 1 minute pour former une couche intermédiaire d'une épaisseur de 10 nanomètres. On arrête ensuite la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'interrompre la décharge. Puis on ferme les vannes de sortie 1325 et 1328 et on ouvre complètement la valve principale
25 1331 afin de décharger le gaz de la chambre 1301 jusqu'à l'établissement d'un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa. On élève ensuite la tension d'entrée de l'élément chauffant 1304 en faisant varier la tension d'alimentation tout en détectant la température du substrat jusqu'à ce qu'elle se stabilise
30 à la valeur constante de 200°C.

Ensuite, on ferme les vannes 1315 et 1318, puis les vannes auxiliaires 1329-1 et 1329-2, et on ouvre ensuite complètement les vannes de sortie 1325 et 1328 et les vannes d'entrée 1320 et 1323 afin d'effectuer un dégazage suffisant dans les débitmètres 1338 et 1341 pour établir le vide.
35 Après fermeture des vannes de sortie 1325 et 1328, on ouvre la valve 1314 de la bouteille 1309 contenant du gaz SiH_4 (pureté : 99,999 %) dilué avec H_2 à 10 % en volume [désigné ci-après " $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ "] et la valve 1316 de la bouteille

1311 contenant du gaz B_2H_6 dilué avec du H_2 à 50 ppm en volume [désigné ci-après " $B_2H_6(50)/H_2$ "] afin de régler à 100 kPa les pressions affichées par les manomètres de sortie 1332 et 1334. On ouvre ensuite progressivement les

5 valves d'entrée 1319 et 1321 pour permettre au gaz $SiH_4(10)/H_2$ et au gaz $B_2H_6(50)/H_2$ de pénétrer, respectivement, dans les débitmètres 1337 et 1339. On ouvre ensuite progressivement les valves de sortie 1324 et 1326. On règle les valves d'entrée 1319 et 1321 de manière que le rapport des débits

10 d'écoulement du gaz $SiH_4(10)/H_2$ au gaz $B_2H_6(50)/H_2$ puisse devenir égal à 50:1. Ensuite, en surveillant attentivement le manomètre de Pirani 1342, on règle l'ouverture de la valve auxiliaire 1329 et on ouvre cette valve 1329 jusqu'à ce que la pression intérieure de la chambre 1301 devienne

15 égale à 133.10^{-2} Pa. Une fois que la pression intérieure de la chambre 1301 s'est stabilisée, on ferme progressivement la valve principale 1331 pour en réduire l'ouverture jusqu'à ce que le manomètre de Pirani 1342 indique 66,5 Pa. Après confirmation de la stabilisation de l'alimentation

20 en gaz et de la pression intérieure, on ferme l'obturateur 1308 (qui sert également d'électrode) en manoeuvrant sa tige 1306 de commande, puis on met en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer de l'énergie à 13,56 MHz entre les électrodes 1303

25 et 1308 et de déclencher ainsi une décharge d'effluves dans la chambre 1301 pour établir une puissance d'entrée de 10W. Après que la décharge d'effluves s'est poursuivie pendant 3 heures pour former une couche photoconductrice, l'énergie appliquée à l'élément chauffant 1304 diminue avec la coupure

30 de la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence, on laisse le substrat refroidir à $100^\circ C$, puis on ferme les valves de sortie 1324 et 1326 et les valves d'entrée 1319 et 1321, la valve principale 1331 étant complètement ouverte, ce qui établit dans la chambre 1301 une pression de $666,5.10^{-7}$

35 Ensuite, on ouvre de nouveau les valves de sortie 1325 et 1328 et on ouvre l'obturateur 1308 en manoeuvrant sa tige 1306 afin d'établir des conditions identiques à celles pour la préparation de la couche intermédiaire. On met en marche ensuite la source d'alimentation en énergie à haute fréquence

afin de rétablir la décharge d'effluves. La puissance d'entrée est de 100W, de même que pour la préparation de la couche intermédiaire. Dans ces conditions, la décharge d'effluves est poursuivie pendant 2 minutes pour former

5 une couche supérieure sur la couche photoconductrice. Puis on arrête l'élément chauffant 1304 ainsi que la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence. On ferme ensuite les valves de sortie 1325 et 1328 et les valves d'entrée 1320 et 1323, la valve principale 1331

10 étant complètement ouverte, afin de donner à la pression intérieure de la chambre une valeur inférieure à 133.10^{-5} Pa. Puis on ferme la valve principale 1331 et on donne à la pression intérieure de la chambre une valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite

15 1330, et on retire le substrat sur lequel chacune des couches a été formée.

Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches est d'environ 9 μ m. L'élément de formation d'image ainsi préparé est placé dans un appareil d'essai de charge et d'ex-

20 position à la lumière, et une charge d'effluves est effectuée à +6,0 kV pendant 0,2 seconde, suivie immédiatement de la projection d'une image lumineuse. L'image lumineuse est projetée à travers une mire d'essai du type transparent, avec une lampe de tungstène comme source de lumière, à un

25 dosage de 0,8 lux.seconde.

Immédiatement après, un révélateur chargé négativement (contenant un agent de virage et un support) est appliqué en cascade sur la surface de l'élément de formation d'image afin que l'on obtienne une bonne image révélée

30 sur cet élément. Lorsque l'image révélée sur l'élément de formation d'image pour électrographie est reproduite sur du papier de copie par charge d'effluves à +5,0 kV, on obtient une image claire, de haute densité, ayant un excellent pouvoir de résolution ainsi qu'une bonne reproduc-

35 tibilité de gradation.

Ensuite, l'élément de formation d'image ci-dessus est soumis à une charge d'effluves au moyen d'un appareil expérimental de charge et d'exposition à la lumière, à -5,5 kV pendant 0,2 seconde, cette opération étant suivie

Ainsi qu'il ressort des résultats ci-dessus pris en combinaison avec le résultat précédent, l'élément de formation d'image pour électrophotographie obtenu dans cet exemple a pour caractéristiques une bipolarité, sans dépendance envers la polarité de la charge.

15 Des éléments de formation d'image, représentés
par des échantillons N° A1 à A8, sont préparés dans les
mêmes conditions et par les mêmes opérations que dans
l'exemple 1, sauf que la durée de pulvérisation pour for-
mer la couche intermédiaire sur le substrat de molybdène
est modifiée comme indiqué ci-dessous dans le tableau I,
et la formation d'une image est réalisée par mise en place
20 de l'élément dans le même appareil que celui utilisé dans
l'exemple 1 pour donner les résultats indiqués dans le
tableau I.

25	N° d'échantillon	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8
	Temps de formation de la couche intermédiaire (s)	10	30	50	150	300	500	1000	1200
30	Qualité de l'image								
	Polarité de charge +	△	○	⊙	⊙	⊙	○	△	×
	Polarité de charge -	×	△	⊙	⊙	⊙	○	△	×
35	Appréciations :	⊙ excellent ○ bon △ utilisable en pratique × mauvais							

Vitesse de déposition
de la couche inter-
médiaire : 0,1 nm/s.

Ainsi qu'il ressort des résultats donnés dans le
5 tableau I, il est nécessaire de former la couche intermé-
diaire à une épaisseur comprise entre 3 et 100 nanomètres.

EXEMPLE 3

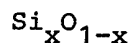
Des éléments de formation d'image, représentés
par des échantillons N° A9 à A15, sont préparés dans les
10 mêmes conditions et par les mêmes opérations que dans
l'exemple 1, sauf que le rapport des débits d'écoulement
d'Ar à O₂ est modifié comme indiqué ci-après dans le
tableau II, et la formation d'une image est réalisée par
mise en place de l'élément dans le même appareil que
15 celui de l'exemple 1 pour donner les résultats indiqués
dans le tableau II. Les couches intermédiaires des seuls
échantillons N° A11 à A15 sont analysées par le procédé
à microsonde électronique pour donner les résultats indi-
qués dans le tableau III.

Ainsi qu'il ressort des résultats donnés dans
les tableaux II et III, il est nécessaire de former une
couche intermédiaire dans laquelle le rapport de Si à O
dans Si_xO_{1-x} constituant la couche intermédiaire est com-
pris entre 0,33 et 0,4 pour atteindre les objectifs de la
25 présente invention.

TABLEAU II

N° d'échantillon	A9	A10	A11	A12	A13	A14	A15
30 Si/O (rapport des débits d'écoulement)	10:0	99:1	95:5	9:1	8:2	7:3	5:5
Qualité de l'image copiée							
Polarité de charge +	X	X	X	Δ	○	⊙	⊙
35 Polarité de charge -	X	X	X	Δ	○	⊙	⊙

TABLEAU III



N° d'échantillon	A11	A12	A13	A14	A15
x	0,44	0,40	0,37	0,33	0,33

5 EXEMPLE 4

Après qu'une couche intermédiaire constituée de $\text{a-Si}_x\text{O}_{1-x}$ a été appliquée sur un substrat de molybdène par les mêmes opérations que celles effectuées dans l'exemple 1, on ferme les valves de sortie 1325 et 1328. On augmente ensuite la tension d'entrée de l'élément chauffant 1304 en faisant varier sa tension d'alimentation tout en détectant la température du substrat jusqu'à ce qu'elle se stabilise à 200°C.

Ensuite, on ouvre complètement la valve de sortie 1324 et la valve d'entrée 1319 afin d'établir le vide, également dans le débitmètre 1337.

Après fermeture de la valve d'entrée 1319 et de la valve de sortie 1324, on ouvre la valve 1314 de la bouteille 1309 contenant du $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ et on règle à 100 kPa la pression affichée par le manomètre de sortie 1332, puis on ouvre progressivement la valve d'entrée 1319 pour introduire le gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ dans le débitmètre 1337. On ouvre ensuite progressivement la valve de sortie, puis la valve auxiliaire 1329. Ensuite, en surveillant attentivement le manomètre de Pirani 1342, on règle l'ouverture de la valve auxiliaire 1329 et on ouvre cette dernière jusqu'à ce que la pression intérieure de la chambre 1301 devienne égale à $133 \cdot 10^{-2}$ Pa. Après que la pression intérieure de la chambre 1301 s'est stabilisée, on ferme progressivement la valve principale 1331 afin d'en réduire l'ouverture jusqu'à ce que le manomètre de Pirani 1342 indique 66,5 Pa. Après confirmation de la stabilisation de l'alimentation en gaz et de la pression intérieure, on ferme l'obturateur 1308 au moyen de la tige 1306 de commande, puis on met en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer de l'énergie

à une fréquence de 13,56 MHz entre les électrodes 1308 et 1303, ce qui déclenche une décharge d'effluves dans la chambre 1301 pour établir une puissance d'entrée de 10W. La décharge d'effluves est prolongée dans ces conditions pendant 3 heures pour former une couche photoconductrice, puis on diminue l'énergie fournie à l'élément chauffant 1304 et on arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence. Après refroidissement du substrat à une température de 100°C, on ferme la valve de sortie 1324 et la valve d'entrée 1319, la valve principale 1331 étant complètement ouverte afin d'établir dans la chambre 1301 un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa ou moins. Ensuite, on ouvre de nouveau les valves de sortie 1325 et 1328 et l'obturateur 1308, et une couche supérieure est formée d'une manière analogue à celle utilisée pour former la couche intermédiaire. L'élément de formation d'image ainsi préparé est retiré de la chambre 1301. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches s'avère être d'environ 9 μm . L'élément de formation d'image ainsi préparé est soumis à un essai de formation d'image sur du papier de copie, d'une manière analogue à celle décrite dans l'exemple 1. Le résultat est que l'image formée par décharge d'effluves négatives est de très bonne qualité et très claire par rapport à celle formée par décharge d'effluves positives. Les résultats montrent que l'élément de formation d'image préparé dans cet exemple dépend de la polarité de la charge.

EXEMPLE 5

Après qu'une couche intermédiaire a été formée pendant une minute sur un substrat de molybdène dans les conditions et par des opérations analogues à celles décrites dans l'exemple 1, on établit dans la chambre de déposition un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa, puis on introduit dans cette chambre du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ par les mêmes opérations que celles utilisées dans l'exemple 1. Ensuite, sous une pression de gaz de 100 kPa (affichée sur le manomètre de sortie 1335) provenant, par l'intermédiaire de la valve d'entrée 1322, de la bouteille 1312 qui contient du gaz PH_3 dilué à 25 ppm en volume avec H_2 [désigné ci-après " $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ "]_7,

on règle la valve d'entrée 1322 et la valve de sortie 1327 afin que l'ouverture de la valve de sortie 1327 soit établie pour que la valeur affichée sur le manomètre 1340 puisse être égale à $1/50$ du débit d'écoulement de $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$,
5 cette opération étant suivie d'une stabilisation.

Ensuite, l'obturateur 1308 étant fermé par manoeuvre de la tige 1306 de commande et la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence étant mise en marche, la décharge d'effluves est recommencée. La tension d'entrée
10 appliquée correspond à une puissance de 10W. Ainsi, la décharge d'effluves est poursuivie pendant 4 heures supplémentaires pour former une couche photoconductrice. On diminue ensuite la puissance fournie à l'élément chauffant 1304 et on arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute
15 fréquence et, après refroidissement du substrat à 100°C , on ferme les valves de sortie 1327 et 1324 et les valves d'entrée 1319 et 1322, la valve principale 1331 étant complètement ouverte afin d'établir dans la chambre 1301 un vide d'environ $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa. Puis on ouvre de nouveau les
20 valves de sortie 1325 et 1328, ainsi que l'obturateur, et on forme une couche supérieure dans des conditions et d'une manière analogues à celles décrites dans l'exemple 1. Puis on arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence et l'élément chauffant 1304 et on ferme les valves
25 de sortie 1325 et 1328, la valve principale 1331 étant complètement ouverte afin d'établir dans la chambre 1301 un vide de $133 \cdot 10^{-5}$ Pa. La chambre 1301 est ensuite mise à l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330 alors que la valve principale 1331 est fermée. Dans ces
30 conditions, on retire le substrat sur lequel les couches ont été formées. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches formées est d'environ $11 \mu\text{m}$.

L'élément de formation d'image ainsi préparé est utilisé pour la formation d'une image sur du papier de copie,
35 par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que celles utilisées dans l'exemple 1. L'image formée par décharge d'effluves négatives est excellente et claire par rapport à celle formée par décharge d'effluves positives.

Ces résultats montrent que l'élément de formation d'image préparé dans cet exemple s'avère être dépendant de la polarité de la charge.

EXEMPLE 6

- 5 Après qu'une couche intermédiaire a été formée pendant une minute sur un substrat de molybdène par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que celles de l'exemple 1, on établit dans la chambre de déposition un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa et on introduit dans cette chambre
- 10 1301 du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ par les mêmes opérations que celles de l'exemple 1. Ensuite, sous la pression du gaz $\text{B}_2\text{H}_6(50)/\text{H}_2$ provenant de la bouteille 1311 par l'intermédiaire de la valve d'entrée 1321, cette pression étant de 100 kPa (affichée au manomètre de sortie), on règle la valve d'entrée
- 15 1321 et la valve de sortie 1326 afin de déterminer l'ouverture de la valve de sortie 1326 pour que la valeur affichée sur le débitmètre 1339 puisse être égale à 1/10 du débit d'écoulement du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$, cette opération étant suivie d'une stabilisation.
- 20 Ensuite, l'obturateur 1308 étant fermé à l'aide de sa barre 1306 de commande, on remet en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin de recommencer la décharge d'effluves. La tension d'entrée correspond à une puissance de 10W. Ainsi, la décharge
- 25 d'effluves est prolongée pendant 4 heures supplémentaires pour former une couche photoconductrice sur la couche intermédiaire. On diminue la puissance fournie à l'élément chauffant 1304 et on arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence et, après refroidissement du
- 30 substrat à 100°C , on ferme les valves de sortie 1324 et 1326 et les valves de charge 1319 et 1321, la valve principale 1331 étant complètement ouverte afin d'établir dans la chambre un vide d'environ $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa. Ensuite, on ouvre de nouveau les valves de sortie 1325 et 1328, ainsi
- 35 que l'obturateur 1308, pour former une couche supérieure d'une manière analogue à celle décrite dans l'exemple 1. Puis on met la chambre 1301 à l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330, la valve principale 1331

étant fermée, et on retire le substrat sur lequel les différentes couches ont été formées. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches formées est d'environ 10 μm .

L'élément de formation d'image ainsi préparé
5 est utilisé pour la formation d'une image sur du papier de copie par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que celles de l'exemple 1. Le résultat est que l'image formée par décharge d'effluves positives est d'excellente
10 qualité et extrêmement claire par rapport à celle formée par décharge d'effluves négatives. Les résultats montrent que l'élément de formation d'image obtenu dans cet exemple dépend de la polarité de la charge, la dépendance étant cependant opposée à celle des éléments de formation d'image obtenus dans les exemples 4 et 5.

15 EXEMPLE 7

On répète l'exemple 1, sauf qu'une bouteille de gaz Si_2H_6 non dilué est utilisée à la place de la bouteille 1309 de $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$, et qu'une bouteille de gaz B_2H_6 dilué avec H_2 à 500 ppm en volume [désigné ci-après " $\text{B}_2\text{H}_6(500)/\text{H}_2$ "]
20 est utilisée à la place de la bouteille 1311 de $\text{B}_2\text{H}_6(50)/\text{H}_2$, pour former une couche intermédiaire, une couche photoconductrice et une couche supérieure sur un substrat de molybdène. Ensuite, l'élément de formation d'image ainsi préparé et retiré de la chambre 1301 de déposition est
25 soumis à l'essai de formation d'image en étant mis en place dans le même appareil expérimental de charge et d'exposition à la lumière que celui utilisé dans l'exemple 1. Le résultat est que, en cas d'une combinaison d'une décharge d'effluves à -5,5 kV avec un révélateur chargé positivement,
30 on obtient une image révélée de très haute qualité, avec un contraste élevé.

EXEMPLE 8

On forme une couche intermédiaire pendant une minute sur chacun des substrats de molybdène, par des opérations et dans des conditions analogues à celles décrites
35 dans l'exemple 1, et on forme une couche photoconductrice pendant 5 heures sur chacune des couches intermédiaires précitées. Ensuite, on forme chacune des couches supérieures

indiquées dans le tableau IV sur les couches photoconductrices précitées.

Dans le cas de l'échantillon A16, la bouteille 1312 de gaz $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ est remplacée au préalable par une
5 bouteille de gaz C_2H_4 dilué avec H_2 à 10 % en volume
[désigné ci-après " $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ "]. Après formation d'une
couche intermédiaire et d'une couche photoconductrice, on
arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute
fréquence, on ferme les valves d'entrée 1324 et 1326 et
10 on ouvre complètement la valve principale 1331 pour établir
dans l'appareil un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa. Puis on ouvre
la valve 1317, les valves d'entrée 1319 et 1322 et les
valves de sortie 1324 et 1327 afin d'introduire du gaz
 $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ et du gaz $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ dans la chambre. On
15 règle les valves d'entrée 1319 et 1322 afin que le rap-
port des débits d'écoulement du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ au gaz
 $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ puisse être de 1:9. Ensuite, on règle la pres-
sion intérieure de la chambre à 66,5 Pa au moyen de la
valve auxiliaire 1329 et de la valve principale 1331.
20 Après confirmation de la stabilisation des débits d'écoule-
ment et de la pression intérieure de la chambre et de la
fermeture de l'obturateur, on met en marche la source
1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin
d'appliquer une énergie à une fréquence de 13,56 MHz,
25 correspondant à une puissance de 3W, entre les électrodes
1303 et 1308. Après que la décharge d'effluves s'est pro-
longée pendant 2 minutes, on arrête la source 1343 d'ali-
mentation en énergie à haute fréquence et l'élément chauf-
fant 1304. Après avoir laissé le substrat refroidir à
30 100°C , on ferme les valves de sortie 1324 et 1327 et on
ouvre complètement la valve principale 1331 pour établir
dans la chambre un vide de $133 \cdot 10^{-5}$ Pa ou moins. On ferme
ensuite la valve principale 1331, puis on établit dans la
chambre une pression égale à celle de l'atmosphère par
35 l'intermédiaire de la valve de fuite 1330, et on retire
le substrat.

Dans le cas de l'échantillon A17, la bouteille 1312 de $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ est remplacée au préalable par une bou-

teille d'azote gazeux à haute pureté (pureté : 99,999 %). Une couche supérieure est formée d'une manière et dans des conditions analogues à celles décrites pour l'échantillon A16, sauf que le rapport des débits d'écoulement
5 du $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ à l'azote est de 1:10.

Dans le cas de l'échantillon A18, la bouteille 1312 de gaz $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ est remplacée au préalable par une bouteille contenant du gaz NH_3 dilué avec H_2 à 10 % en volume [désigné ci-après " $\text{NH}_3(10)/\text{H}_2$ "]. On forme une couche
10 supérieure par un procédé et dans des conditions analogues à ceux de l'échantillon A16.

Dans le cas des échantillons A19, A20, A21, après formation d'une couche photoconductrice, on remplace la bouteille 1309 de gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ par une bouteille de
15 gaz SiF_4 avec une teneur en H_2 de 10 % en volume [désigné ci-après " $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ "]. En outre, dans le cas de l'échantillon A19, la bouteille 1312 de gaz $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille de gaz $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$, et le rapport des débits d'écoulement de $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ à $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ est
20 de 1:9. Dans le cas de l'échantillon A20, la bouteille 1312 de gaz $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille d'azote gazeux à haute pureté (pureté : 99,999 %) et le rapport des débits d'écoulement du $\text{SiF}_4(10)/\text{H}_2$ à l'azote est de 1:50. Dans le cas de l'échantillon A21, la bouteille 1312
25 de gaz $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille de gaz NH_3 dilué avec H_2 à 10 % en volume [désigné ci-après " $\text{NH}_3(10)/\text{H}_2$ "], et le rapport des débits d'écoulement de $\text{SiF}_4(10)/\text{H}_2$ à $\text{NH}_3(10)/\text{H}_2$ est de 1:20. Dans le cas des échantillons A19, A20 et A21, chaque couche supérieure est
30 formée par un procédé et dans des conditions analogues à ceux de l'échantillon A16, sauf que le courant alternatif d'entrée établit une puissance de 60W et hormis également les conditions indiquées précédemment.

Dans le cas de l'échantillon A22, la bouteille
35 1312 de $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille contenant du gaz $\text{Si}(\text{CH}_3)_4$ (pureté : 99,999 %) dilué avec H_2 à 10 % en volume [désigné ci-après " $\text{Si}(\text{CH}_3)_4(10)/\text{H}_2$ "]. Après formation d'une couche photoconductrice, on ferme les valves de

sortie 1324 et 1326 et on ouvre complètement la valve principale 1331 pour établir dans la chambre un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa. Puis on introduit du gaz $\text{Si}(\text{CH}_3)_4(10)/\text{H}_2$ dans la chambre par l'intermédiaire de la valve d'entrée 1322 et de la

5 valve de sortie 1327 afin de régler la pression intérieure à 66,5 Pa au moyen de la valve auxiliaire 1329-1 et de la valve principale 1331. Après confirmation de la stabilisation des débits d'écoulement et de la pression intérieure, on met en marche la source 1343 d'alimentation en énergie

10 à haute fréquence afin d'appliquer de l'énergie à fréquence de 13,56 MHz, correspondant à une puissance de 3W, entre les électrodes 1303 et 1308. La décharge d'effluves est prolongée pendant quelques minutes. Après que l'élément chauffant 1304 a été arrêté ainsi que la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence, on laisse le substrat

15 refroidir à 100°C , puis on ferme la valve de sortie 1327, la valve principale 1331 étant complètement ouverte, ce qui établit la pression intérieure de la chambre à moins de $133 \cdot 10^{-5}$ Pa. On ferme ensuite la valve principale 1331

20 et on donne à la pression intérieure de la chambre une valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330, et on retire le substrat.

Dans le cas des échantillons A23 et A24, la bouteille de gaz $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille

25 de gaz N_2 dilué avec Ar à 50 % en volume / désigné ci-après " $\text{N}_2(50)/\text{Ar}$ ". En outre, dans le cas de l'échantillon A23, du silicium polycristallin (pureté : 99,999 %) est utilisé comme cible. Dans le cas de l'échantillon A24, du Si_3N_4 à haute pureté est utilisé comme cible. Dans

30 chaque cas, après formation d'une couche photoconductrice, on établit dans l'appareil une pression intérieure de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa, toutes les valves étant fermées. Ensuite, on ouvre la valve 1317 de la bouteille 1312 contenant du gaz N_2/Ar jusqu'à ce que la pression de sortie (affichée

35 au manomètre de sortie 1335) soit réglée à 100 kPa. Puis on ouvre la valve d'entrée 1322, la valve de sortie 1327 et la valve auxiliaire 1329-1 afin d'introduire le gaz dans la chambre. On règle la valve auxiliaire 1329-1 jusqu'à ce

que la pression intérieure devienne égale à $666,5 \cdot 10^{-4}$ Pa (affichée au manomètre de Pirani 1342). En outre, on règle la pression intérieure à $133 \cdot 10^{-2}$ Pa au moyen de la valve principale 1331. On ouvre ensuite l'obturateur 1308 par
5 manoeuvre de sa tige 1306 de commande. On met en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer un courant alternatif d'une fréquence de 13,56 MHz, correspondant à une puissance de 100W, entre la cible 1305 et l'élément 1303 de fixation. Après forma-
10 tion d'une couche supérieure pendant 2 minutes dans ces conditions, on arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence, puis on ferme la valve auxiliaire 1329-1, la valve de sortie 1328 et la valve d'entrée 1323, et on ouvre ensuite complètement la valve principale 1331.
15 Après établissement dans la chambre d'un vide de $133 \cdot 10^{-5}$ Pa ou moins, on ferme la valve principale 1331 afin de donner à la pression intérieure de la chambre une valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330, et on retire le substrat.

20 Dans le cas de l'échantillon A25, on forme une couche supérieure dans des conditions et par des opérations analogues à celles utilisées pour l'échantillon A24, sauf que la cible 1305 de SiO_2 est remplacée par un stratifié dans lequel du graphite est couché sur du Si polycristallin
25 avec un rapport de surfaces de 1:9.

En utilisant les éléments de formation d'image ainsi préparés, A16 à A25, on forme des images révélées d'une manière analogue à celle décrite dans l'exemple 1. On obtient, comme résultats, des images ayant une excellente
30 résolution, une excellente gradation ainsi qu'une bonne densité, aussi bien dans la combinaison d'une charge d'effluves à -6 kV et d'un révélateur chargé positivement que dans le cas d'une combinaison d'une charge d'effluves à +6 kV et d'un révélateur chargé négativement.

T A B L E A U IV

N° d'échantillon	Couche supérieure	Conditions de préparation				
		Gaz de départ ou cible	Rapport des débits d'écoulement ou des surfaces	Procédé de préparation	Puissance (W)	Epaisseur de la couche (nm)
A16	A	SiH ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) C ₂ H ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiH ₄ (10)/H ₂ :C ₂ H ₄ (10)/H ₂ ... 1:9	Effluves	3	12
A17	B	SiH ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) N ₂	SiH ₄ (10)/H ₂ :N ₂ ... 1:10	Effluves	3	12
A18	C	SiH ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) NH ₃ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiH ₄ (10)/H ₂ :NH ₃ (10)/H ₂ ... 1:2	Effluves	3	12
A19	D	SiF ₄ (teneur en H ₂ : 10 % vol.) C ₂ H ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiF ₄ /H ₂ (10):C ₂ H ₄ (10)/H ₂ ... 1:9	Effluves	60	12

T A B L E A U IV (Suite)

A20	E	SiF ₄ (teneur en H ₂ : 10 % vol.) NH ₃ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiF ₄ /H ₂ (10):NH ₃ (10)/H ₂ ... 1:20	Effluves	60	12
A21	F	SiF ₄ (teneur en H ₂ : 10 % vol.) N ₂	SiF ₄ /H ₂ (10):N ₂ .. 1:50	Effluves	60	12
A22	G	Si(CH ₃) ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	-	Effluves	3	12
A23	H	Cible de Si polycris- tallin N ₂ (dilué avec Ar à 50 % vol.)	-	Pulvéri- sation	100	20
A24	I	Cible de Si ₃ N ₄ N ₂ (dilué avec Ar à 50 % vol.)	-	Pulvéri- sation	100	20
A25	J	Cible de Si polycris- tallin Cible de graphite Ar	C:Si = 9:1	Pulvéri- sation	100	20

EXEMPLE 9

A l'aide d'un appareil tel que montré sur la figure 14, placé dans une chambre propre qui a été complètement blindée, on prépare un élément de formation d'image pour électrophotographie conformément aux opérations suivantes.

Un substrat 1409 de molybdène, ayant la forme d'un carré de 10 cm de côté et d'une épaisseur de 0,5 mm, dont la surface est nettoyée, est fixé fermement sur un élément 1403 de fixation placé dans une position prédéterminée dans une chambre 1401 de déposition. Le substrat 1409 est chauffé par un élément chauffant 1408 placé à l'intérieur de l'élément 1403 de support, avec une précision de $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$. La température est mesurée directement sur la face arrière du substrat par un thermocouple alumel-chromel. Puis, après confirmation de la fermeture de toutes les valves de l'appareil, on ouvre la valve principale 1410 et on établit dans la chambre 1401 un vide d'environ $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa. Puis on élève la tension d'entrée de l'élément chauffant 1408 en faisant varier la tension d'alimentation tout en détectant la température du substrat jusqu'à ce qu'elle se stabilise. On ouvre ensuite les valves auxiliaires 1434-1 et 1431-2 et les valves de sortie 1426, 1427 et 1428, ainsi que les valves d'entrée 1421, 1422 et 1423, afin d'éliminer suffisamment les gaz, également dans les débitmètres 1416, 1417 et 1418, puis on ferme les valves auxiliaires 1434-1 et 1434-2 et les valves 1426, 1427, 1428, 1421, 1422 et 1423. On ouvre la valve 1431 d'une bouteille 1411 contenant du gaz SiH_4 (pureté : 99,999 %) dilué avec H_2 à 10 % en volume (désigné ci-après " $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ "), et une valve 1432 d'une bouteille 1412 contenant du gaz O_2 jusqu'à ce que les valeurs affichées par les manomètres de sortie 1436 et 1437 soient réglées à 100 kPa. On ouvre ensuite progressivement les valves d'entrée 1421 et 1422 afin d'introduire du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ dans les débitmètres 1416 et 1417. On ouvre ensuite progressivement la valve auxiliaire 1441. A ce moment, on règle les valves 1421 et 1422 de manière qu'un rapport d'alimentation de $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2:\text{O}_2$

puisse être établi à 10:1. On ouvre la valve auxiliaire 1441 tout en détectant la pression intérieure de la chambre à l'aide du manomètre de Pirani afin qu'elle devienne égale à 133.10^{-2} Pa. Une fois que la pression intérieure s'est

5 stabilisée, on ferme progressivement la valve principale 1410 afin d'en réduire l'ouverture pour régler à 66,5 Pa la pression intérieure de la chambre. Après introduction du gaz et confirmation de la stabilisation de la pression intérieure, on met en marche la source 1443 d'alimentation

10 en énergie à haute fréquence et on ferme un obturateur 1405, qui est également utilisé comme électrode, jusqu'à ce que la température du substrat se stabilise. A ce moment, on applique un courant alternatif d'une fréquence de 13,56 MHz, correspondant à une puissance de 100W, entre l'électrode

15 1403 et l'obturateur 1405 afin de déclencher une décharge d'effluves dans la chambre 1401 pour établir une puissance d'entrée de 3W. Dans ces conditions, pour déposer une couche de $a-(Si_xO_{1-x})_y:H_{1-y}$ sur le substrat, on poursuit la décharge pendant une minute afin de former une couche intermédiaire.

20 Après fermeture de la valve de sortie 1427, on ouvre la valve d'entrée 1423 pour introduire du gaz B_2H_6 dilué avec H_2 à 50 % en volume (désigné ci-après " $B_2H_6(50)/H_2$ ") dans un débitmètre 1418, ce gaz provenant de la bouteille 1413 par une valve 1433, sous une pression de 100 kPa (affi-

25 chée sur le manomètre de sortie 1438). En réglant la valve de sortie 1428, on stabilise l'affichage du débitmètre 1418 de manière que le débit d'alimentation en $B_2H_6(50)/H_2$ puisse être égal à 1/50 de celui de $SiH_4(10)/H_2$.

Ensuite, la décharge d'effluves est recommencée

30 par mise en marche de la source 1443 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'établir une puissance d'entrée de 10W qui est supérieure à celle utilisée précédemment. Après que la décharge d'effluves s'est poursuivie pendant 3 heures pour former une couche photoconductrice,

35 on arrête l'élément chauffant 1408 ainsi que la source 1443 d'alimentation en énergie à haute fréquence, on laisse le substrat refroidir à 100°C, puis on ferme les valves de sortie 1426 et 1428 et les valves d'entrée 1421 et 1423,

la valve principale 1410 étant complètement ouverte afin de donner à la pression intérieure de la chambre 1401 une valeur de 133.10^{-5} Pa ou moins. On ferme ensuite la valve principale 1410 et on donne à la pression intérieure de la chambre une valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1406, et on retire le substrat sur lequel chacune des couches a été formée. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches est d'environ 9 μ m. L'élément de formation d'image pour électrophotographie ainsi préparé est placé dans un appareil expérimental de charge et d'exposition à la lumière, et une charge d'effluves est effectuée à +6,0 kV pendant 0,2 seconde, suivie immédiatement de la projection d'une image lumineuse. Cette image lumineuse est projetée à travers une mire d'essai du type transparent, avec une lampe au tungstène comme source de lumière et à une intensité de 0,8 lux.seconde.

Immédiatement après, un révélateur chargé négativement (contenant un agent de virage et un support) est appliqué en cascade sur la surface de l'élément afin que l'on obtienne une bonne image révélée sur l'élément de formation d'image pour électrophotographie. Lorsque l'image révélée sur cet élément est reproduite sur du papier de copie par charge d'effluves à +5,0 kV, on obtient une image claire, de haute densité, ayant un excellent pouvoir de résolution ainsi qu'une bonne reproductibilité de gradation.

Ensuite, l'élément de formation d'image ci-dessus est soumis à une charge d'effluves au moyen d'un appareil expérimental de charge et d'exposition à la lumière, à -5,5 kV pendant 0,2 seconde, cette charge étant suivie immédiatement d'une exposition de l'image à la lumière, et à une intensité de 0,8 lux.seconde, elle-même suivie immédiatement de l'application en cascade sur la surface de l'élément, d'un révélateur chargé positivement. Ensuite, par reproduction sur du papier de copie et fixage, on obtient une image très claire et nette.

Ainsi qu'il ressort du résultat ci-dessus pris en combinaison avec le résultat précédent, l'élément de

formation d'image pour électrophotographie obtenu dans cet exemple a pour caractéristiques une bipolarité, sans dépendance envers la polarité de la charge.

EXEMPLE 10

Des éléments de formation d'image, représentés par des échantillons N° B1 à B8, sont préparés dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que celles utilisées dans l'exemple 9, sauf que la durée de pulvérisation pour former la couche intermédiaire sur le substrat de molybdène est modifiée comme indiqué dans le tableau V ci-après, et la formation d'une image est effectuée par mise en place des éléments dans le même appareil que celui de l'exemple 9 pour donner les résultats indiqués dans le tableau V.

Ainsi qu'il ressort des résultats donnés dans le tableau V, il est nécessaire de former une couche intermédiaire ayant une épaisseur de l'ordre de 3 à 100 nanomètres pour atteindre l'objectif de l'invention.

TABLEAU V

N° d'échantillon	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8
Temps de formation de la couche intermédiaire (s)	10	30	50	180	420	600	1000	1200
Qualité de l'image								
Polarité de charge +	△	○	⊙	⊙	⊙	○	△	×
Polarité de charge -	×	△	⊙	⊙	⊙	○	△	×

Remarques :

Appréciations : ⊙ excellent

○ bon

△ utilisable en pratique

× mauvais

Vitesse de déposition de la couche intermédiaire :

0,1 nm/s.

EXEMPLE 11

Des éléments de formation d'image pour électrophotographie, représentés par des échantillons N° B9 à B15, sont préparés dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que dans l'exemple 9, sauf que les rapports des débits d'écoulement de $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ à O_2 pour préparer la couche intermédiaire sont modifiés comme indiqué dans le tableau VI ci-dessous, et une image est formée par mise en place des éléments dans le même appareil que celui de l'exemple 9 pour donner les résultats indiqués dans le tableau VI. Les couches intermédiaires des seuls échantillons N° B11 à B15 sont analysées par le procédé à microsonde électronique pour donner les résultats indiqués dans le tableau VII.

Ainsi qu'il ressort des résultats donnés dans les tableaux VI et VII, il est souhaitable que x , correspondant au rapport de Si à C dans la couche intermédiaire, soit compris entre 0,4 et 0,33 pour atteindre les objectifs de l'invention.

20

TABLEAU VI

N° d'échantillon	B9	B10	B11	B12	B13	B14	B15
SiH ₄ /H ₂ O ₂ (rapport d'alimentation)	100:1	100:2	100:4	100:6	100:8	10:1	10:1,5
Qualité de l'image copiée :							
Polarité de charge +	X	X	X	Δ	⊙	⊙	⊙
Polarité de charge -	X	X	X	Δ	⊙	⊙	⊙

30

TABLEAU VII

Si _x O _{1-x}					
N° d'échantillon	11	12	13	14	15
x	0,45	0,40	0,36	0,33	0,33

EXEMPLE 12

Après formation d'une couche intermédiaire sur un substrat de molybdène d'une manière analogue à celle décrite dans l'exemple 9, on établit dans la chambre un vide d'environ $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa et on maintient le substrat à 200°C.

On ouvre complètement la valve auxiliaire 1441, les valves de sortie 1426 et 1427 et les valves d'entrée 1421 et 1422 afin d'établir le vide dans les débitmètres 1416 et 1417. Après fermeture des valves auxiliaires 1441-1 et 1441-2 et des valves 1426, 1427, 1421 et 1422, on ouvre la valve 1431 de la bouteille 1411 contenant du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ (pureté : 99,999 %) et la valve 1432 de la bouteille 1412 contenant du gaz O_2 .

Ensuite, en réglant à 100 kPa la pression affichée par les manomètres de sortie 1436 et 1437, on ouvre progressivement les valves d'entrée 1421 et 1422 pour introduire un gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ dans les débitmètres 1416 et 1417, puis on ouvre ensuite successivement et progressivement les valves de sortie 1426 et 1427, puis la valve auxiliaire 1441.

Dans ces conditions, on règle les valves d'entrée 1421 et 1422 de manière que le rapport des débits d'écoulement de $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ à O_2 puisse être de 10:1.

Tout en détectant la pression intérieure de la chambre 1401 à l'aide du manomètre de Pirani 1442, on règle l'ouverture des valves auxiliaires 1421 et 1422 à $666,5 \cdot 10^{-5}$ Pa. Après stabilisation du débit d'écoulement dans ces conditions, on ferme progressivement la valve principale 1410 afin d'en réduire l'ouverture jusqu'à ce que la pression intérieure de la chambre devienne égale à 66,5 Pa.

Après confirmation de la stabilisation de l'alimentation en gaz et de la pression intérieure, on ferme l'obturateur 1405, qui est également utilisé comme électrode, puis on met en marche la source 1443 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer une énergie à une fréquence de 13,56 MHz entre les électrodes 1403 et 1405

pour déclencher une décharge d'effluves dans la chambre 1401 et établir une puissance d'entrée de 3W. La décharge d'effluves est prolongée pendant une minute pour former une couche photoconductrice de $a-(Si_xO_{1-x})_y:H_{1-y}$ sur le substrat, puis on arrête la source 1443 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'interrompre la décharge d'effluves. Ensuite, on ferme la valve de sortie et on recommence la décharge d'effluves par remise en marche de la source 1443 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'établir une puissance d'entrée de 10W, supérieure à celle utilisée précédemment. La décharge d'effluves est prolongée pendant 5 heures pour former une couche photoconductrice, puis on arrête l'élément chauffant 1408 ainsi que la source 1443 d'alimentation en énergie à haute fréquence. Après refroidissement du substrat à une température de 100°C, on ferme la valve de sortie 1426 et les valves d'entrée 1421 et 1422, la valve principale 1410 étant complètement ouverte afin d'établir dans la chambre 1401 un vide de 133.10^{-5} Pa ou moins. On ferme ensuite la valve principale 1410 et on donne à la pression intérieure de la chambre 1401 une valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1406, et on retire le substrat sur lequel les différentes couches ont été formées. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches s'avère être d'environ 15 μm . L'élément de formation d'image pour électrophotographie ainsi préparé est soumis à un essai de formation d'image sur du papier de copie. Le résultat est que l'image formée par décharge d'effluves négatives est de très bonne qualité et très claire par rapport à celle formée par décharge d'effluves positives. Ce résultat montre que l'élément de formation d'image préparé dans cet exemple dépend de la polarité de la charge.

EXEMPLE 13

Après qu'une couche intermédiaire a été formée pendant une minute sur un substrat de molybdène dans des conditions et par des opérations analogues à celles décrites dans l'exemple 9, on arrête la source 1443 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'interrompre la décharge

d'effluves. Puis on ferme la valve de sortie 1427. Ensuite, sous une pression de gaz de 100 kPa (affichée au manomètre de sortie 1439), appliquée par l'intermédiaire de la valve 1433 et provenant de la bouteille 1414 contenant du gaz

5 PH_3 dilué avec H_2 à 25 ppm en volume (désigné ci-après " $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ "), on ouvre la valve d'entrée 1424 afin d'introduire du gaz $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ dans le débitmètre 1419 et on règle la valve de sortie 1429 afin que la valeur affichée sur le débitmètre 1419 puisse être égale à 1/50 du débit

10 d'écoulement du $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$, cette opération étant suivie d'une stabilisation. Ensuite, on met en marche la source 1443 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin que la décharge d'effluves reprenne. La puissance d'entrée est de 10W, c'est-à-dire supérieure à celle utilisée pour

15 la formation de la couche intermédiaire. Ainsi, la décharge d'effluves est prolongée pendant 4 heures pour former une couche supérieure sur la couche photoconductrice. Puis on arrête l'élément chauffant 1408 et la source 1443 d'alimentation en énergie à haute fréquence et on laisse le

20 substrat refroidir. Lorsque la température du substrat atteint 100°C ou moins, on ferme les valves de sortie 1426 et 1429 et les valves d'entrée 1421 et 1424, la valve principale 1410 étant complètement ouverte afin d'établir dans la chambre un vide de 133.10^{-5} Pa ou moins. Puis on ferme

25 la valve principale 1410 afin de ramener la chambre 1401 à l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1406 pour que le substrat, sur lequel les différentes couches ont été formées, soit prêt à être retiré. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches s'avère être d'environ

30 11 μm . L'élément de formation d'image pour électrophotographie ainsi préparé est soumis à un essai de formation d'image sur du papier de copie, de même que dans l'exemple 9. Le résultat est que l'image formée par décharge d'effluves négatives est de très bonne qualité et très claire par

35 rapport à celle formée par décharge d'effluves positives. Ce résultat montre que l'élément de formation d'image préparé dans cet exemple dépend de la polarité de la charge.

EXEMPLE 14

Après qu'une couche intermédiaire a été formée pendant une minute sur un substrat de molybdène dans des conditions et par des opérations analogues à celles décrites dans l'exemple 9, on arrête la source 1443 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'interrompre la décharge d'effluves. Dans ces conditions, on ferme la valve de sortie 1427. Puis, sous une pression de gaz de 100 kPa (affichée au manomètre de sortie 1437), on ouvre la valve d'entrée 1423 afin d'introduire du gaz $B_2H_6(50)/H_2$ dans le débitmètre 1418 par l'intermédiaire de la valve 1433, ce gaz provenant de la bouteille 1413, et on règle la valve d'entrée 1423 et la valve de sortie 1428 afin que l'ouverture de cette valve de sortie 1428 provoque l'affichage, sur le débitmètre 1418, d'une valeur pouvant être égale à 1/10 du débit d'écoulement du $SiH_4(10)/H_2$; cette opération étant suivie d'une stabilisation.

Ensuite, on met en marche la source 1443 d'alimentation en énergie à haute fréquence et la décharge d'effluves est recommencée. La tension d'entrée appliquée correspond à une puissance de 10W, c'est-à-dire une valeur supérieure à celle utilisée précédemment. Ainsi, la décharge d'effluves est poursuivie pendant 3 heures supplémentaires pour former une couche photoconductrice sur la couche intermédiaire. On arrête ensuite l'élément chauffant 1408 et la source 1443 d'alimentation en énergie à haute fréquence et, après refroidissement du substrat à 100°C, on ferme les valves de sortie 1426 et 1428 et les valves d'entrée 1421 et 1423, la valve d'entrée 1410 étant complètement ouverte afin d'établir dans la chambre 1401 un vide de 133.10^{-5} Pa ou moins, la chambre 1401 étant ensuite mise à l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1406 alors que la valve principale 1410 est fermée. Dans ces conditions, on retire le substrat sur lequel les couches ont été formées. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches formées est d'environ 10 μm .

L'élément de formation d'image pour électrophotographie ainsi préparé est utilisé pour former une image sur

du papier de copie par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que celles décrites dans l'exemple 9. L'image formée par décharge d'effluves négatives est excellente et claire par rapport à celle formée par décharge d'effluves positives. Il ressort de ces résultats que l'élément de formation d'image préparé dans cet exemple s'avère être dépendant de la polarité de la charge, cette dépendance étant cependant opposée à celle des éléments de formation d'image obtenus dans les exemples 12 et 13.

10 EXEMPLE 15

On fixe le substrat 1409 de molybdène fermement sur l'élément 1403 de fixation disposé dans une position prédéterminée dans la chambre 1401 de déposition, de la même manière que dans l'exemple 9. La cible utilisée est constituée de SiO_2 très pur. Après confirmation de la fermeture de toutes les valves, on ouvre complètement la valve principale pour établir dans la chambre 1401 un vide d'environ $666,5 \cdot 10^{-6}$ Pa.

On augmente la tension d'entrée de l'élément chauffant 1408 en faisant varier la tension d'alimentation tout en détectant la température du substrat jusqu'à ce qu'elle se stabilise à 200°C .

Ensuite, on ouvre complètement les valves auxiliaires 1441-1 et 1441-2, puis les valves de sortie 1426, 1428 et 1430 afin d'établir également le vide dans les débitmètres 1416, 1418 et 1420. Puis on ferme les valves auxiliaires 1441-1 et 1441-2 et les valves de sortie 1426 et 1428, et on ouvre la valve 1435 de la bouteille 1415 contenant du gaz Ar (pureté : 99,999 %) dilué avec H_2 à 30 % en volume (désigné ci-après " $\text{Ar}/\text{H}_2(30)$ ") et on règle à 100 kPa la pression affichée par le manomètre de sortie 1440, puis on ouvre progressivement la valve d'entrée 1424 afin de laisser le gaz $\text{Ar}/\text{H}_2(30)$ pénétrer dans la chambre 1401. Ensuite, on ouvre progressivement la valve de sortie 1430 jusqu'à ce que le manomètre de Pirani 1441 indique $666,5 \cdot 10^{-4}$ Pa. Après que la pression intérieure de la chambre s'est stabilisée, on ferme progressivement la valve principale 1813 afin d'en réduire l'ouverture jusqu'à ce que le manomètre de

Pirani 1442 indique 133.10^{-2} Pa. L'obturateur 1405 étant ouvert par manoeuvre de sa tige 1407 de commande, on s'assure de la stabilisation de la valeur affichée par le débitmètre 1420, puis on met en marche la source 1443 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer un courant alternatif d'une fréquence de 13,56 MHz, correspondant à une puissance de 100W, entre la cible 1404 et l'élément 1403 de fixation. Dans ces conditions, on forme une couche tout en maintenant des conditions d'équilibre afin qu'une décharge stable puisse se poursuivre. De cette manière, la décharge se poursuit pendant une minute pour former une couche intermédiaire d'une épaisseur de 10 nanomètres. Ensuite, on arrête une première fois la source 1443 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'interrompre la décharge. On ferme ensuite la valve de sortie 1430 et on ouvre complètement la valve principale 1410 afin d'éliminer le gaz de la chambre 1401 jusqu'à ce qu'un vide de $666,5.10^{-7}$ Pa soit fait dans cette dernière.

Ensuite, après fermeture de la valve 1435 et de la valve auxiliaire 1441, on ouvre complètement la valve 1430 de sortie et la valve 1425 d'entrée afin d'effectuer un dégazage suffisant du débitmètre 1420 pour y établir le vide. Après fermeture de la valve auxiliaire 1441 et de la valve de sortie 1430, on ouvre la valve 1431 de la bouteille 1411 contenant du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ (pureté : 99,999 %) et la valve 1433 de la bouteille 1413 contenant du $\text{B}_2\text{H}_6(50)/\text{H}_2$ afin de régler à 100 kPa les pressions affichées par les manomètres de sortie 1436 et 1438, et on ouvre ensuite progressivement les valves d'entrée 1421 et 1423 pour introduire du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ et du gaz $\text{B}_2\text{H}_6(50)/\text{H}_2$ dans les débitmètres 1416 et 1418, respectivement. On ouvre ensuite progressivement les valves de sortie 1426 et 1428, puis on ouvre les valves auxiliaires 1441-1 et 1441-2. On règle les valves d'entrée 1421 et 1423 afin que le rapport d'alimentation du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ au gaz $\text{B}_2\text{H}_6(50)/\text{H}_2$ soit de 50:1. Puis, en surveillant attentivement le manomètre de Pirani 1442, on règle l'ouverture de la valve auxiliaire 1441 et

on ouvre les valves auxiliaires 1441-1 et 1441-2 jusqu'à ce que la pression intérieure de la chambre 1401 devienne égale à 133.10^{-2} Pa. Après que la pression intérieure de la chambre 1401 s'est stabilisée, on ferme progressivement la

5 valve principale 1410 afin d'en réduire l'ouverture jusqu'à ce que le manomètre de Pirani 1442 indique 66,5 Pa. Après confirmation de la stabilisation de l'alimentation en gaz et de la pression intérieure, on ferme l'obturateur 1405, puis on met en marche la source 1443 d'alimentation

10 en énergie à haute fréquence afin d'appliquer de l'énergie à une fréquence de 13,56 MHz entre les électrodes 1403 et 1405, ce qui déclenche une décharge d'effluves dans la chambre 1401 pour établir une puissance d'entrée de 10W. Après que la décharge d'effluves s'est poursuivie pendant

15 3 heures pour former une couche photoconductrice, on arrête l'élément chauffant 1408, ainsi que la source 1443 d'alimentation en énergie à haute fréquence, on laisse le substrat refroidir à 100°C, puis on ferme les valves de sortie 1426 et 1428 et les valves d'entrée 1421, 1423 et 1425, la valve

20 principale 1410 étant complètement ouverte afin de donner à la pression intérieure de la chambre 1401 une valeur de 133.10^{-5} Pa ou moins. Puis on ferme la valve principale 1410 et on donne à la pression intérieure de la chambre 1401 une pression égale à celle de l'atmosphère par l'inter-

25 médiaire de la valve de fuite 1406, et on retire le substrat sur lequel chacune des couches a été formée. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches est d'environ 9 μm . L'élément de formation d'image pour électrophotographie ainsi préparé est placé dans un appareil expérimental de charge

30 et d'exposition à la lumière, et une charge d'effluves est effectuée à +6,0 kV pendant 0,2 seconde, suivie immédiatement de la projection d'une image lumineuse. L'image lumineuse est projetée à travers une mire d'essai du type transparent, avec une lampe au tungstène comme source de lumière,

35 à une intensité de 0,8 lux.seconde.

Immédiatement après, un révélateur chargé négativement (contenant un agent de virage et un support) est appliqué en cascade sur la surface de l'élément afin de

donner une bonne image révélée sur l'élément de formation d'image pour électrophotographie. Lorsque l'image révélée sur cet élément est reproduite sur du papier de copie par charge d'effluves à +5,0 kV, on obtient une image claire, de haute densité, ayant un excellent pouvoir de résolution ainsi qu'une bonne reproductibilité de gradation.

Ensuite, l'élément de formation d'image ci-dessus est soumis à une charge d'effluves au moyen d'un appareil expérimental de charge et d'exposition à la lumière, à -5,5 kV pendant 0,2 seconde, suivie immédiatement d'une exposition de l'image à la lumière, à une intensité de 0,8 lux.seconde, cette opération étant elle-même suivie immédiatement de l'application en cascade sur la surface de l'élément, d'un révélateur chargé positivement. Puis, par reproduction sur du papier de copie et fixage, on obtient une image très claire et nette.

Ainsi qu'il ressort du résultat ci-dessus pris en combinaison avec le résultat précédent, l'élément de formation d'image pour électrophotographie obtenu dans cet exemple présente une caractéristique de bipolarité, sans dépendance envers la polarité de la charge.

EXEMPLE 16

On forme une couche intermédiaire et une couche photoconductrice sur un substrat de molybdène, dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que dans l'exemple 9, sauf que la bouteille 1411 contenant du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille contenant du gaz SiH_4 sans dilution, et que la bouteille 1413 contenant du gaz $\text{B}_2\text{H}_6(50)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille contenant du gaz B_2H_6 dilué avec H_2 à 500 ppm en volume (désigné ci-après " $\text{B}_2\text{H}_6(500)/\text{H}_2$ "). Après qu'il a été retiré de la chambre 1401, l'élément de formation d'image pour électrophotographie ainsi préparé est utilisé pour la formation d'une image sur du papier de copie, par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que celles décrites dans l'exemple 9. Le résultat est que l'image formée par la combinaison d'une décharge d'effluves à -5,5 kV et d'un révélateur chargé positivement est d'excellente qualité et

très claire.

EXEMPLE 17

Après formation d'une couche intermédiaire pendant une minute, puis formation d'une couche photoconductrice pendant 5 heures sur un substrat de molybdène, par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que celles décrites dans l'exemple 9, on arrête la source 1443 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'interrompre la décharge d'effluves. On ferme ensuite la valve de sortie 1428 et on ouvre de nouveau la valve de sortie 1427 afin qu'il soit possible de maintenir des conditions analogues à celles utilisées pour former la couche intermédiaire.

Ensuite, l'obturateur 1405 étant fermé, on remet en marche la source d'alimentation en énergie à haute fréquence afin de recommencer la décharge d'effluves. La tension d'entrée appliquée correspond à une puissance de 3W qui est égale à celle utilisée pour former la couche intermédiaire. Ainsi, la décharge d'effluves est poursuivie pendant 2 minutes supplémentaires pour former une couche photoconductrice sur la couche intermédiaire. L'élément chauffant 1408 et la source 1443 d'alimentation en énergie à haute fréquence sont arrêtés et, après refroidissement du substrat à 100°C, on ferme les valves de sortie 1426 et 1427 et les valves d'entrée 1421 et 1422, la valve principale 1410 étant complètement ouverte afin d'établir dans la chambre 1401 un vide de 133.10^{-5} Pa ou moins. Puis on met la chambre 1401 à l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1406, la valve principale 1410 étant fermée, et on retire le substrat sur lequel les différentes couches ont été formées.

L'élément de formation d'image pour électrophotographie ainsi préparé est utilisé pour la formation d'une image sur du papier de copie, par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que celles décrites dans l'exemple 9. Le résultat est que l'image formée par les deux combinaisons, à savoir décharge d'effluves à -6 kV et agent de virage pouvant être chargé positivement, et décharge d'effluves à +6 kV et agent de virage pouvant être chargé négative-

ment, est d'excellente qualité et extrêmement claire.

Après formation d'une couche intermédiaire sur un substrat de molybdène pendant une minute, d'une manière analogue à celle décrite dans l'exemple 9, et dégazage de la chambre 1401 de déposition, on ferme la valve principale 1410 alors que la valve de fuite 1406 est ouverte pour mettre la chambre 1401 de déposition à l'atmosphère, et on retire la cible 1404 de graphite pour qu'il ne reste que la cible de silicium. Ensuite, la valve de fuite 1406 étant fermée, on établit dans la chambre un vide d'environ $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa, et on ouvre la valve auxiliaire 1441 et la valve de sortie 1430 afin de dégazer suffisamment le débitmètre 1420, puis on ferme la valve de sortie 1430 et la valve auxiliaire 1441.

On maintient le substrat 1402 à 200°C par alimentation en énergie de l'élément chauffant. Ensuite, en ouvrant la valve 1418 de la bouteille 1419 de gaz $\text{SiF}_4(5)/\text{Ar}$, on règle la pression de sortie à 100 kPa.

EXEMPLE 18

Après formation d'une couche intermédiaire pendant une minute, puis formation d'une couche photoconductrice pendant 5 heures sur un substrat de molybdène par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que celles décrites dans l'exemple 9, diverses couches supérieures sont réalisées comme indiqué dans le tableau VIII ci-après.

Les couches supérieures des échantillons B16, B17 et B18 sont préparées dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que celles décrites dans l'exemple 9, hormis les points indiqués ci-dessous. Pour la formation de l'échantillon B16, la bouteille 1414 contenant du gaz $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille contenant du C_2H_4 dilué avec H_2 à 10 % en volume et le débit d'écoulement est réglé de manière que l'on puisse obtenir un rapport $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2:\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ de 1:9. Dans le cas de l'échantillon B17, le gaz contenu dans la bouteille 1414 indiquée ci-dessus est remplacé par du gaz N_2 très pur (pureté : 99,999 %) et on établit un rapport $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2:\text{N}_2$ égal à 1:10. Dans le cas de l'échantillon B18, le gaz contenu dans

la bouteille 1414 indiquée ci-dessus est remplacé par du gaz NH_3 dilué avec H_2 à 10 % en volume (désigné ci-après " $\text{NH}_3(10)/\text{H}_2$ "), et on établit un rapport $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2:\text{NH}_3(10)/\text{H}_2$ égal à 1:2.

5 De même, les couches supérieures des échantillons B19, B20 et B21 sont préparées dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que celles décrites dans l'exemple 9, hormis les points indiqués ci-dessous.

Dans le cas de l'échantillon B19, la bouteille
10 1411 contenant du $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ et la bouteille 1414 contenant du $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ sont remplacées par une bouteille contenant du SiF_4 dilué avec H_2 à 10 % en volume (désigné ci-après " $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ ") et par une bouteille contenant du C_2H_4 dilué avec H_2 à 10 % en volume (désigné ci-après " $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ "),
15 respectivement, et on établit un rapport d'alimentation $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10):\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ de 1:9.

Dans le cas de l'échantillon B20, la bouteille 1414 indiquée ci-dessus est remplacée par une bouteille contenant du gaz N_2 très pur (pureté : 99,999 %), avec la
20 même substitution de la bouteille 1411 que dans le cas de l'échantillon B19, et le rapport d'alimentation $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10):\text{N}_2$ est établi à 1:50.

Dans le cas de l'échantillon B21, la bouteille 1414 indiquée ci-dessus est remplacée par une bouteille
25 contenant du gaz NH_3 dilué avec H_2 à 10 % en volume (désigné ci-après " $\text{NH}_3(10)/\text{H}_2$ "), avec la même substitution de la bouteille 1411, et le rapport d'alimentation $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10):\text{NH}_3(10)/\text{H}_2$ est établi à 1:20.

En outre, pour la formation de l'échantillon B22,
30 la couche photoconductrice est préparée avec substitution de la bouteille 1414 contenant $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ par une bouteille contenant du $\text{Si}(\text{CH}_3)_4$ dilué avec H_2 à 10 % en volume (désigné ci-après " $\text{Si}(\text{CH}_3)_4(10)/\text{H}_2$ "), puis on ferme les valves de sortie 1426 et 1428 alors que la valve d'entrée 1410
35 est complètement ouverte afin d'établir dans la chambre un vide de $666,5 \cdot 10^{-6}$ Pa. On introduit ensuite du gaz $\text{Si}(\text{CH}_3)_4(10)/\text{H}_2$ dans la chambre par l'intermédiaire de la valve d'entrée 1424 et de la valve de sortie 1429, de manière que la couche supérieure soit préparée dans les mêmes condi-

tions et par les mêmes opérations que celles décrites dans l'exemple 9.

Dans le cas des échantillons B23 et B24, chaque couche photoconductrice est formée dans les conditions
5 suivantes : la cible est remplacée par du silicium polycristallin revêtu de graphite, ayant un rapport de surfaces de Si:C de 1:9 ; la bouteille 1414 contenant du $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille contenant du Ar.

Ensuite, après établissement, dans la chambre,
10 d'un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa et après fermeture de toutes les valves, on ouvre la valve 1434 de la bouteille 1414 à 100 kPa (pression de sortie affichée).

On ouvre la valve d'entrée 1424, la valve de sortie 1429 et la valve auxiliaire 1441 afin d'introduire
15 le gaz dans la chambre, et on règle la valve auxiliaire afin que la pression intérieure de la chambre devienne égale à $133 \cdot 10^{-2}$ Pa (affichée sur le manomètre de Pirani 1442). L'obturateur 1405 étant ouvert par manoeuvre de sa tige 1407 de commande, on met en marche la source d'alimentation en énergie à haute fréquence et un courant alternatif d'une fréquence de 13,56 MHz, correspondant à une
20 puissance de 100W, est mis en circulation entre la cible 1404 et l'élément 1403 de fixation. Dans ces conditions, après que la couche supérieure a été formée pendant 2 minutes, on arrête la source d'alimentation en énergie à
25 haute fréquence et on ferme les valves auxiliaires 1441-1 et 1441-2, la valve de sortie 1429 et la valve d'entrée 1424, puis on ouvre complètement la valve principale 1410. Après établissement dans la chambre d'un vide de $133 \cdot 10^{-5}$ Pa
30 ou moins, on ferme la valve principale 1410 et on ouvre la valve de fuite 1406 afin de mettre la chambre de déposition à l'atmosphère, et on retire ensuite le substrat sur lequel les différentes couches ont été formées.

Une image révélée est formée au moyen de l'élément de formation d'image ainsi préparé, comme représenté
35 par les échantillons N° B16 à B25, dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que celles décrites dans l'exemple 9, et l'image ainsi formée dans cet exemple est excel-

- lente et claire par rapport à celle formée à la fois par une combinaison d'une décharge d'effluves de -6 kV et d'un agent de virage pouvant être chargé positivement, et d'une combinaison d'une décharge d'effluves à +6 kV et
- 5 d'un agent de virage pouvant être chargé négativement.

TABLEAU VIII

N° d'échantillon	Couche supérieure	Conditions de préparation				
		Gaz de départ ou cible	Rapport des débits d'écoulement ou des surfaces	Procédé de préparation	Puissance (W)	Epaisseur de la couche (nm)
B16	A	SiH ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) C ₂ H ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiH ₄ (10)/H ₂ :C ₂ H ₄ (10)/H ₂ = 1:9	Effluves	3	12
B17	B	SiH ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiH ₄ (10)/H ₂ :N ₂ = 1:10	Effluves	3	12
B18	C	SiH ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) NH ₃ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiH ₄ (10)/H ₂ :NH ₃ (10)/H ₂ = 1:2	Effluves	3	12
B19	D	SiF ₄ (contient H ₂ à 10 % vol.) C ₂ H ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiF ₄ /H ₂ (10):C ₂ H ₄ (10)/H ₂ = 1:9	Effluves	60	12

TABLEAU VIII (Suite)

B20	E	SiF ₄ (contient H ₂ à 10 % vol.) NH ₃ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) ²	SiF ₄ /H ₂ (10):NH ₃ (10)/H ₂ = 1:20	Effluves	60	12
B21	F	SiF ₄ (contient H ₂ à 10 % vol.) N ₂	SiF ₄ /H ₂ (10):N ₂ = 1:50	Effluves	60	12
B22	G	Si(CH ₃) ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) ²	-	Effluves	3	12
B23	H	Cible de Si polycristallin N ₂ (dilué avec Ar à 50 % vol.)	-	Pulvérisation	100	20
B24	I	Cible de Si ₃ N ₄ N ₂ (dilué avec Ar à 50 % vol.)	-	Pulvérisation	100	20
B25	J	Cible de Si polycristallin Cible de graphite Ar	Si:C = 1:9 (rapport des surfaces)	Pulvérisation	100	20

EXEMPLE 19

A l'aide d'un appareil montré sur la figure 13, placé dans une chambre propre qui a été complètement blindée, on prépare un élément de formation d'image pour électrophotographie par les opérations suivantes.

Un substrat 1302 de molybdène, ayant la forme d'un carré de 10 cm de côté et d'une épaisseur de 0,5 mm, dont la surface a été nettoyée, est fixé fermement sur un élément 1303 de fixation placé dans une position prédéterminée dans une chambre 1301 de déposition. La cible 1305 est constituée de SiO_2 à haute pureté. Le substrat 1302 est chauffé par un élément chauffant 1304, disposé à l'intérieur de l'élément 1303 de support, avec une précision de $\pm 0,5^\circ\text{C}$. La température est mesurée directement par un thermocouple alumel-chromel sur la surface arrière du substrat. Puis, après confirmation de la fermeture de toutes les valves de l'appareil, on ouvre la valve principale 1331 et on effectue une fois un vide à environ $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa (pendant le vide, toutes les valves de l'appareil sont fermées). Ensuite, on élève la température du substrat afin de la stabiliser à la valeur constante de 100°C , par variation de la puissance d'entrée pendant que la température du substrat est détectée. Cette opération est suivie de l'ouverture des valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2 et des valves de sortie 1324, 1325, 1326 et 1328 afin que les gaz soient suffisamment éliminés des débitmètres 1337, 1338, 1339 et 1341, puis on ferme les valves de sortie 1324, 1325, 1326 et 1328. On ouvre la valve 1318 de la bouteille 1313 contenant de l'argon gazeux (pureté : 99,999 %) dilué avec de l'oxygène à 20 % en volume (désigné ci-après " $\text{O}_2(20)/\text{Ar}$ ") jusqu'à ce que le manomètre de sortie 1336 affiche une pression réglée à 100 kPa, puis on ouvre la valve d'entrée 1323, et on ouvre ensuite progressivement la valve de sortie 1328. On ouvre également la valve 1315 de la bouteille contenant du SiF_4 (pureté : 99,999 %) jusqu'à ce que le manomètre de sortie 1336 soit réglé à 100 kPa. On règle le débit d'écoulement du gaz SiF_4 de manière qu'il soit égal à 1/20 de celui du gaz $\text{O}_2(20)/\text{Ar}$ en actionnant les valves d'entrée

1320 et 1323. On ouvre la valve auxiliaire 1329 jusqu'à ce que le manomètre de Pirani 1342 indique $666,5 \cdot 10^{-4}$ Pa, et cet état est maintenu jusqu'à ce que les débits d'écoulement soient stabilisés. Ensuite, on ferme progressivement la valve principale 1331 afin d'en réduire l'ouverture pour régler à $133 \cdot 10^{-2}$ Pa la pression intérieure de la chambre. L'obturateur 1308 étant ouvert par manoeuvre de sa tige 1306 de commande, on s'assure de la stabilisation des débitmètres 1338 et 1341, puis on met en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer un courant alternatif d'une fréquence de 13,56 MHz, correspondant à une puissance de 100W, entre la cible 1305 et l'élément 1303 de fixation. Dans ces conditions, on forme une couche tout en maintenant les conditions d'équilibre afin qu'une décharge stable puisse se poursuivre. De cette manière, la décharge est poursuivie pendant 1 minute pour former une couche intermédiaire d'une épaisseur de 10 nanomètres. On arrête ensuite la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'interrompre la décharge. Puis on ferme les valves de sortie 1325 et 1328 et on ouvre complètement la valve principale 1331 afin de dégazer la chambre 1301 jusqu'à ce qu'un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa y soit établi. Ensuite, on élève la tension d'entrée de l'élément chauffant 1304 en faisant varier sa tension d'alimentation tout en détectant la température du substrat jusqu'à ce qu'elle se stabilise à la valeur constante de 200°C.

Après fermeture de la valve auxiliaire 1329, on ouvre la valve 1314 de la bouteille 1311 contenant du gaz SiH_4 (pureté : 99,999 %) dilué avec H_2 à 10 % en volume [désigné ci-après " $\text{SiH}_4/\text{H}_2(10)$ "] et la valve 1316 de la bouteille 1311 contenant du gaz B_2H_6 (pureté : 99,999 %) dilué avec H_2 à 50 ppm en volume [désigné ci-après " $\text{B}_2\text{H}_6(50)/\text{H}_2$ "] afin de régler à 100 kPa les pressions affichées par les manomètres de sortie 1332 et 1334, puis on ouvre progressivement les valves d'entrée 1319 et 1321 afin d'introduire du gaz $\text{SiF}_4(10)/\text{H}_2$ et du gaz $\text{B}_2\text{H}_6(50)/\text{H}_2$ dans les débitmètres 1337 et 1339, respectivement. Ensuite, on ouvre progressivement les valves de sortie 1324 et 1326,

puis on ouvre les valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2. On règle les valves d'entrée 1319 et 1321 de manière que le rapport d'alimentation du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ au gaz $\text{B}_2\text{H}_6(50)/\text{H}_2$ soit de 50:1. Ensuite, en surveillant attentivement le

5 manomètre de Pirani 1342, on règle l'ouverture de la valve auxiliaire 1329 et on ouvre cette dernière jusqu'à ce que la pression intérieure de la chambre 1301 devienne égale à 133.10^{-2} Pa. Une fois que la pression intérieure de la chambre 1301 s'est stabilisée, on ferme progressivement

10 la valve principale 1331 afin d'en réduire l'ouverture jusqu'à ce que le manomètre de Pirani 1342 indique 66,5 Pa. Après confirmation de la stabilisation de l'alimentation en gaz et de la pression intérieure, on ferme l'obturateur 1308, qui est également utilisé comme électrode, par ma-

15 noeuvre de sa tige 1306 de commande, puis on met en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer de l'énergie à une fréquence de 13,56 MHz entre les électrodes 1303 et 1308, ce qui déclenche une décharge d'effluves dans la chambre 1331 pour établir une

20 puissance d'entrée de 10W. Après que la décharge d'effluves s'est poursuivie pendant 3 heures pour former une couche photoconductrice, on réduit la tension d'alimentation de l'élément chauffant 1304 et on arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence, on laisse le substrat

25 refroidir à 100°C , puis on ferme les valves de sortie 1324 et 1326 et les valves d'entrée 1319 et 1321, la valve principale 1331 étant complètement ouverte afin d'établir dans la chambre 1301 une pression de $666,5.10^{-7}$ Pa. Puis on ferme la valve principale 1331 et on donne à la pression intérieure

30 de la chambre 1301 une valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330, et on retire le substrat sur lequel chacune des couches a été formée. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches est d'environ

35 9 μm . L'élément de formation d'image pour électrophotographie ainsi préparé est placé dans un appareil expérimental de charge et d'exposition à la lumière, et une charge d'effluves est effectuée à +6,0 kV pendant 0,2 seconde, suivie immédiatement de la projection d'une image lumineuse. L'image

lumineuse est projetée à travers une mire d'essai du type transparent, avec une lampe au tungstène comme source de lumière, à une intensité de 0,8 lux.seconde.

Immédiatement après, un révélateur chargé négativement (contenant un agent de virage et un support) est appliqué en cascade sur la surface de l'élément afin que l'on obtienne une bonne image révélée sur l'élément de formation d'image pour électrophotographie. Lorsque l'image révélée sur cet élément est reproduite sur du papier de copie par charge d'effluves à +5,0 kV, on obtient une image claire, de très haute densité, ayant un excellent pouvoir de résolution ainsi qu'une bonne reproductibilité de gradation.

Ensuite, l'élément de formation d'image ci-dessus est soumis à une charge d'effluves au moyen d'un appareil expérimental de charge et d'exposition à la lumière, à -5,5 kV pendant 0,2 seconde, cette opération étant suivie immédiatement d'une exposition de l'image à la lumière, à une intensité de 0,8 lux.seconde, elle-même suivie immédiatement de l'application en cascade sur la surface de l'élément, d'un révélateur chargé positivement. Ensuite, par reproduction sur du papier de copie et fixage, on obtient une image très claire et nette.

Ainsi qu'il ressort du résultat ci-dessus pris en combinaison avec le résultat précédent, l'élément de formation d'image pour électrophotographie obtenu dans cet exemple présente les caractéristiques d'une bipolarité, sans dépendance envers la polarité de la charge.

EXEMPLE 20

Des éléments de formation d'image, représentés par des échantillons N° C1 à C8, sont préparés dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que celles utilisées dans l'exemple 19, sauf que le temps de pulvérisation pour la formation de la couche intermédiaire sur le substrat de molybdène est modifié comme indiqué dans le tableau IX ci-dessous et une image est formée par mise en place des éléments dans le même appareil que celui de l'exemple 19 pour donner les résultats indiqués dans le

tableau IX.

Ainsi qu'il ressort des résultats donnés dans le tableau IX, il est nécessaire de former une couche intermédiaire ayant une épaisseur comprise entre 3 et 100 nanomètres pour atteindre l'objectif de l'invention.

TABLEAU IX

N° d'échantillon	C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7	C8
10	Temps de formation de la couche intermédiaire (s)							
	10	30	50	150	300	500	1000	1200
	Qualité de l'image							
	Polarité de charge +							
	Δ	○	⊙	⊙	⊙	○	Δ	X
15	Polarité de charge -							
	X	Δ	⊙	⊙	⊙	○	Δ	X

Remarques :

Appréciations : ⊙ excellent

○ bon

20 Δ utilisable en pratique

X mauvais

Vitesse de
déposition de
la couche
intermédiaire : 0,1 nm/s.

EXEMPLE 21

Des éléments de formation d'image pour électrophotographie, représentés par des échantillons N° C9 à C14, sont préparés dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que dans l'exemple 19, hormis que la quantité d'oxygène contenue dans la bouteille 1313 contenant du gaz O₂(20)/Ar, utilisé pour la préparation de la couche intermédiaire sur le substrat, est modifiée comme indiqué dans le tableau X ci-dessous, et une image est formée par mise en place de ces éléments dans le même appareil que celui de l'exemple 19 pour donner les résultats indiqués dans le tableau X. Les couches intermédiaires des seuls échantillons N° C10 à C14 sont analysées par le procédé à microsonde électronique pour donner les résultats indiqués dans le tableau XI.

Ainsi qu'il ressort des résultats donnés dans les tableaux X et XI, il est souhaitable que le rapport x de Si à C dans la couche intermédiaire soit compris entre 0,33 et 0,40 pour atteindre les objectifs de l'invention.

5

TABLEAU X

N° d'échantillon	C9	C10	C11	C12	C13	C14
Quantité d'O ₂ dans la bouteille de gaz O ₂ /Ar (% en volume)	0	5	10	15	20	25
Qualité de l'image copiée						
Polarité de charge +						
Polarité de charge -						

10

15

20

Si_xC_{1-x}

TABLEAU XI

N° d'échantillon	C10	C11	C12	C13	C14
x	0,44	0,40	0,37	0,33	0,33

EXEMPLE 22

Après préparation d'une couche intermédiaire sur un substrat de molybdène dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que celles utilisées dans l'exemple 19, on ferme l'obturateur, puis on ferme les valves de sortie 1325 et 1328 et on élève ensuite la puissance four-

25

30

35

nie à l'élément chauffant 1304 et on la fait varier tout en détectant la température du substrat afin de la stabiliser à 200°C.

On ouvre ensuite complètement la valve de sortie 1324 et la valve d'entrée 1319 pour dégazer suffisamment le débitmètre 1337 afin d'y établir le vide. Après fermeture de la valve d'entrée 1319 et de la valve de sortie 1324, on ouvre la valve 1314 de la bouteille 1309 contenant du gaz SiH₄(10)/H₂ (pureté : 99,999 %) afin de régler la pression à 100 kPa, puis on ouvre progressivement la valve d'entrée 1319 pour introduire du gaz SiH₄(10)/H₂ dans le

débitmètre 1337. On ouvre ensuite progressivement la valve de sortie 1324. Puis, en surveillant attentivement le manomètre de Pirani 1342, on règle l'ouverture des valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2. Après que la pression intérieure de la chambre 1301 s'est stabilisée, on ferme progressivement la valve principale 1331 afin d'en réduire l'ouverture jusqu'à ce que le manomètre de Pirani 1342 indique 66,5 Pa. Après confirmation de la stabilisation de l'alimentation en gaz et de la pression intérieure, on met en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer de l'énergie à une fréquence de 13,56 MHz entre les électrodes 1308 et 1303, ce qui déclenche une décharge d'effluves dans la chambre 1301 pour établir une puissance d'entrée de 10W. Après que la décharge d'effluves s'est prolongée pendant 3 heures pour former une couche photoconductrice, on arrête l'élément chauffant 1304 ainsi que la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence, on laisse le substrat refroidir à 100°C, puis on ferme la valve de sortie 1324 et la valve d'entrée, la valve principale 1331 étant complètement ouverte afin de donner à la pression intérieure de la chambre 1301 une valeur de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa ou moins. On ferme ensuite la valve principale 1331 et on donne à la pression intérieure de la chambre 1301 une valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330, et on retire le substrat. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches est d'environ 9 μm . L'élément de formation d'image ainsi préparé est utilisé pour former une image sur du papier de copie, par le même procédé que dans l'exemple 19. Le résultat est que l'image formée par décharge d'effluves négatives est de très bonne qualité et très claire par rapport à celle formée par décharge d'effluves positives. Ce résultat montre que l'élément de formation d'image préparé dans cet exemple dépend de la polarité de la charge.

35 EXEMPLE 23

Après formation d'une couche intermédiaire pendant une minute sur un substrat de molybdène, dans des conditions et par des opérations analogues à celles décrites dans

l'exemple 19, on établit dans la chambre de déposition 1301 un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa, puis on introduit dans cette même chambre du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$, par les mêmes opérations que celles utilisées dans l'exemple 19. Ensuite, sous la pression de gaz de 100 kPa (affichée sur le manomètre de sortie 1335), appliquée par l'intermédiaire de la valve 1317 et de la valve d'entrée 1322, cette pression provenant de la bouteille 1312 contenant du gaz PH_3 dilué avec H_2 à 25 ppm en volume (désigné ci-après " $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ "), on règle la valve d'entrée 1322 et la valve de sortie 1327 afin que l'ouverture de cette valve 1327 soit établie pour que la valeur affichée par le débitmètre 1340 puisse être égale à 1/50 du débit d'écoulement du $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$, cette opération étant suivie d'une stabilisation.

Ensuite, l'obturateur 1308 étant fermé par manoeuvre de sa tige 1306 de commande et la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence étant mise en marche, la décharge d'effluves recommence. La tension d'entrée appliquée correspond à une puissance de 10W. Ainsi, la décharge d'effluves est prolongée pendant 4 heures supplémentaires pour former une couche photoconductrice sur la couche intermédiaire. On arrête ensuite l'élément chauffant 1304 et la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence et, après refroidissement du substrat à 100°C , on ferme les valves de sortie 1327 et 1324 et les valves d'entrée 1319 et 1322, la valve principale 1331 étant complètement ouverte afin d'établir dans la chambre 1301 un vide d'environ $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa, la chambre 1301 étant ensuite mise à l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330 alors que la valve principale 1331 est fermée. Dans ces conditions, on retire le substrat sur lequel les couches ont été formées. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches formées est d'environ 11 μm .

L'élément de formation d'image pour électrophotographie ainsi préparé est utilisé pour former une image sur du papier de copie, par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que celles décrites dans l'exemple 19. L'image ainsi formée par décharge d'effluves négatives est

excellente et très claire par rapport à celle formée par décharge d'effluves positives. Ce résultat montre que l'élément de formation d'image préparé dans cet exemple s'avère être dépendant de la polarité de la charge.

5 EXEMPLE 24

Après qu'une couche intermédiaire a été formée pendant une minute sur un substrat de molybdène par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que celles décrites dans l'exemple 19, on établit dans la chambre
10 de déposition un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa et on introduit dans cette même chambre du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$, par les mêmes opérations que celles utilisées dans l'exemple 19. Ensuite, sous la pression du gaz $\text{B}_2\text{H}_6(50)/\text{H}_2$ provenant de la bouteille 1311 par l'intermédiaire de la valve 1316 et de la
15 valve d'entrée 1321, cette pression étant de 100 kPa (affichée sur le manomètre de sortie 1334), on règle la valve d'entrée 1321 et la valve de sortie 1326 afin que l'ouverture de cette valve 1326 soit établie pour que la valeur affichée sur le débitmètre 1339 soit égale à 1/10 du débit
20 d'écoulement du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$, cette opération étant suivie d'une stabilisation.

Ensuite, l'obturateur 1308 étant fermé par manoeuvre de sa tige 1306 de commande, on remet en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence
25 afin de recommencer la décharge d'effluves. La tension d'entrée appliquée correspond à une puissance de 10W. Ainsi, la décharge d'effluves est poursuivie pendant 4 heures supplémentaires pour former une couche photoconductrice sur la couche intermédiaire. On arrête alors l'élément
30 chauffant 1304 et la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence et, après refroidissement du substrat à 100°C , on ferme les valves de sortie 1324 et 1326 et les valves d'entrée 1319 et 1321, la valve principale 1331 étant complètement ouverte afin d'établir dans la chambre
35 1301 un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa. Puis on met la chambre 1301 à l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330, la valve principale 1331 étant fermée, et on retire le substrat sur lequel les différentes couches ont été formées.

Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches formées est d'environ 10 μm .

L'élément de formation d'image pour électrophotographie ainsi préparé est utilisé pour la formation d'une image sur du papier de copie, par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que celles décrites dans l'exemple 19. Le résultat est que l'image formée par décharge d'effluves positives est d'excellente qualité et extrêmement claire par rapport à celle formée par décharge d'effluves négatives. Ce résultat montre que l'élément de formation d'image obtenu dans cet exemple dépend de la polarité de la charge, cette dépendance étant cependant opposée à celle des éléments de formation d'image obtenus dans les exemples 22 et 23.

15 EXEMPLE 25

Une couche intermédiaire et une couche photoconductrice sont préparées sur un substrat de molybdène dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que dans l'exemple 19, sauf que la bouteille 1309 contenant du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille contenant du gaz Si_2H_6 sans dilution, et que la bouteille 1311 contenant du gaz $\text{B}_2\text{H}_6(50)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille contenant du gaz B_2H_6 dilué avec H_2 à 500 ppm en volume (désigné ci-après " $\text{B}_2\text{H}_6(500)/\text{H}_2$ ").

L'élément de formation d'image ainsi préparé est retiré de la chambre 1301 de déposition et soumis à un essai de formation d'image sur du papier de copie. Le résultat est que, avec la combinaison d'une décharge d'effluves à +5,5 kV et d'un révélateur pouvant être chargé négativement, on obtient une image révélée d'excellente qualité et d'une haute gradation.

EXEMPLE 26

Après formation d'une couche intermédiaire pendant une minute et formation d'une couche photoconductrice pendant 5 heures sur un substrat de molybdène, par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que celles décrites dans l'exemple 19, on prépare, sur chaque couche photoconductrice, une couche supérieure comme indiqué dans le

tableau XII ci-après.

- Pour former l'échantillon C16, la bouteille 1312 contenant du gaz $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille contenant du gaz C_2H_4 dilué avec H_2 à 10 % en volume (désigné ci-après " $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ "). Après formation de la couche photoconductrice, la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence est arrêtée et on ferme les valves d'entrée 1319 et 1322, la valve principale 1331 étant complètement ouverte afin d'établir dans la chambre un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa. On ouvre ensuite les valves d'entrée 1319 et 1322 et les valves de sortie 1324 et 1327 afin d'introduire du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ dans la chambre par l'intermédiaire des valves d'entrée 1319 et 1322 qui sont réglées de manière que le rapport d'alimentation du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ au gaz $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ soit de 1:9. On règle ensuite la valve auxiliaire 1329 et la valve principale 1331 jusqu'à ce que la pression intérieure de la chambre devienne égale à 66,5 Pa. Après confirmation de la stabilisation de l'alimentation en gaz et de la pression intérieure, on ferme l'obturateur 1308, puis on met en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer de l'énergie à une fréquence de 13,56 MHz entre les électrodes 1303 et 1308 pour établir une puissance d'entrée de 3W. Après que la décharge d'effluves s'est poursuivie pendant 2 minutes, on arrête l'élément chauffant 1304 ainsi que la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence, on laisse le substrat refroidir à 100°C , puis on ferme les valves de sortie 1324 et 1327, la valve principale 1331 étant complètement ouverte afin de donner à la pression intérieure de la chambre une valeur de $133 \cdot 10^{-5}$ Pa ou moins. On ferme ensuite la valve principale 1331 et on donne à la pression intérieure de la chambre une valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330, puis on retire le substrat.
- Pour former l'échantillon C17, la bouteille 1312 contenant du gaz $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ est préalablement remplacée par une bouteille contenant du gaz N_2 pur (pureté : 99,999 %) afin que le rapport d'alimentation $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2:\text{N}_2$ soit réglé à 1:10, et une couche supérieure est préparée par les mêmes

opérations et dans les mêmes conditions que celles décrites pour l'échantillon C16.

De même en ce qui concerne l'échantillon C18, la bouteille 1312 contenant du gaz $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ est remplacée
5 par une bouteille contenant du NH_3 dilué avec H_2 à 10 % en volume (désigné ci-après " $\text{NH}_3(10)/\text{H}_2$ ").

Dans le cas des échantillons C19, C20 et C21, une couche supérieure est préparée sur chaque couche photoconductrice, qui a été précédemment formée, par les mêmes
10 opérations et dans les mêmes conditions que pour l'échantillon C16, hormis les points indiqués ci-dessous :

Après que la bouteille 1309 contenant du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ a été remplacée par une bouteille contenant du SiF_4 dilué avec H_2 à 10 % en volume (désigné ci-après
15 " $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ "), pour former l'échantillon C19, la bouteille 1312 contenant du $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ est en outre remplacée par une bouteille contenant du C_2H_4 dilué avec H_2 à 10 % en volume (désigné ci-après " $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ ") et un rapport d'alimentation du gaz $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ au gaz $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ est
20 réglé à 1:9 ; dans le cas de l'échantillon C20, la bouteille 1312 contenant du $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille contenant du gaz N_2 très pur (pureté : 99,999 %) et le rapport d'alimentation $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2:\text{N}_2$ est réglé à 1:50 ;
25 et dans le cas de l'échantillon C21, la bouteille 1312 contenant du $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille contenant du $\text{NH}_3(10)/\text{H}_2$ et le rapport d'alimentation $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2:\text{NH}_3(10)/\text{H}_2$ est réglé à 1:20 ; un courant alternatif, correspondant à une puissance de 60W, est utilisé pour la préparation de tous ces échantillons.

30 Pour former les échantillons C23 et C24, la bouteille 1312 contenant du gaz $\text{PH}_3(25)/\text{H}_2$ est remplacée au préalable par une bouteille contenant du N_2 avec Ar à 50 % en volume (désigné ci-après " $\text{N}_2(50)/\text{Ar}$ "). Après substitution de la cible par une cible de silicium polycristallin (pureté :
35 99,999 %) pour l'échantillon C23, ou par une cible de Si_3N_4 très pur pour l'échantillon C24, la couche photoconductrice est formée sur le substrat. Puis, après confirmation de l'établissement d'un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa dans la chambre,

toutes les valves sont fermées et on ouvre la valve 1317 de la bouteille 1312 contenant du gaz $N_2(50)/Ar$ jusqu'à ce que la pression de sortie soit réglée à 100 kPa (affichée sur le manomètre de sortie 1335). Ensuite, on ouvre

5 la valve d'entrée 1322, la valve de sortie 1327 et les valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2 pour introduire le gaz. Tout en réglant avec précision la pression intérieure de la chambre à $666,5 \cdot 10^{-4}$ Pa (affichée sur le manomètre de Pirani) par réglage des valves auxiliaires 1329-1 et

10 1329-2, et en réglant ensuite la pression intérieure à $133 \cdot 10^{-2}$ Pa à l'aide de la valve principale 1331, on ouvre l'obturateur 1308 au moyen de sa tige 1306 de commande, puis on met en marche la source 1343 d'alimentation en

15 énergie à haute fréquence afin d'appliquer de l'énergie à une fréquence de 13,56 MHz entre la cible 1305 et l'élément 1303 de fixation pour établir une puissance d'entrée de 100W. Après que la décharge d'effluves s'est poursuivie pendant 2 minutes pour former une couche supérieure, on

20 arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence, puis on ferme les valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2, la valve de sortie 1327 et la valve d'entrée 1322, la valve principale 1331 étant complètement ouverte afin d'établir la pression intérieure de la chambre à $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa.

On ferme ensuite la valve principale 1331 et on

25 donne à la pression intérieure de la chambre une valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330, puis on retire le substrat.

Pour former l'échantillon C25, la couche supérieure est préparée dans les mêmes conditions et par les mêmes

30 opérations que celles utilisées pour former l'échantillon C24, sauf que la cible est remplacée par une plaque sur laquelle du graphite est appliqué sur du silicium polycristallin de manière que le rapport des surfaces puisse être égal à 1:9, et la bouteille 1313 contenant du gaz $O_2(20)/Ar$

35 est remplacée par une bouteille contenant du gaz Ar.

Lorsque les images révélées sont formées de la même manière que dans l'exemple 19, à l'aide des éléments de formation d'image C16 à C25 pour électrophotographie

ainsi préparés, on obtient des images ayant un excellent pouvoir de résolution, une excellente gradation ainsi qu'une excellente densité, aussi bien dans la combinaison d'une charge à -6 kV et d'un révélateur chargé positivement que d'une combinaison d'une charge à +6 kV et d'un révélateur chargé négativement.

5

TABLEAU XII

N° d'échantillon	Couche supérieure	Conditions de préparation				
		Type de gaz brut ou cible	Rapport des débits d'écoulement ou des surfaces	Procédé de préparation	Puissance (W)	Épaisseur de la couche (nm)
C16	A	SiH ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) C ₂ H ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiH ₄ (10)/H ₂ :C ₂ H ₄ (10)/H ₂ = 1:9	Effluves	3	12
C17	B	SiH ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) N ₂	SiH ₄ (10)/H ₂ :N = 1:10	Effluves	3	12
C18	C	SiH ₂ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) NH ₃ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiH ₄ (10)/H ₂ :NH ₃ (10)/H ₂ = 1:2	Effluves	3	12
C19	D	SiF ₄ (contient H ₂ à 10 % vol.) C ₂ H ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiF ₄ /H ₂ (10):C ₂ H ₄ (10)/H ₂ = 1:9	Effluves	60	12

T A B L E A U XII (Suite)

C20	E	SiF ₄ (contient H ₂ à 10 % vol.) NH ₃ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiF ₄ /H ₂ (10):NH ₃ (10)/H ₂ = 1:20	Effluves	60	12
C21	F	SiF ₄ (contient H ₂ à 10 % vol.) N ₂	SiF ₄ /H ₂ (10):N ₂ = 1:50	Effluves	60	12
C22	G	Si(CH ₃) ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	-	Effluves	3	12
C23	H	Cible de Si polycristallin N ₂ (dilué avec Ar à 50 % vol.)	-	Pulvéri- sation	100	20
C24	I	Cible de Si ₃ N ₄ N ₂ (dilué avec Ar à 50 % vol.)	-	Pulvéri- sation	100	20
C25	J	Cible de Si polycristallin Cible de graphite Ar	Si:C = 1:9 (rapport des surfaces)	Pulvéri- sation	100	20

EXEMPLE 27

A l'aide d'un appareil tel que montré sur la figure 13, placé dans une chambre propre qui a été complètement blindée, on prépare un élément de formation
5 d'image pour électrophotographie par les opérations suivantes.

Un substrat 1302 de molybdène, ayant la forme d'un carré de 10 cm de côté et d'une épaisseur de 0,5 mm, dont la surface a été nettoyée, est fixé fermement sur
10 un élément 1303 de fixation placé dans une position prédéterminée à l'intérieur d'une chambre 1301 de déposition. La cible devant recevoir une pulvérisation est une cible 1305 de SiO_2 à haute pureté (99,999 %). Le substrat 1302 est chauffé par un élément chauffant 1304, placé à l'inté-
15 rieur de l'élément 1303 de fixation, avec une précision de $\pm 0,5^\circ\text{C}$. La température est mesurée directement sur la face arrière du substrat par un thermocouple alumel-chromel. Puis, après confirmation de la fermeture de toutes les valves de l'appareil, on ouvre la valve principale 1331 et on
20 établit une fois un vide à environ $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa (pendant le vide, toutes les autres valves de l'appareil sont fermées). Puis on élève la tension d'entrée de l'élément chauffant 1304 en faisant varier la tension d'alimentation tout en détectant la température du substrat jusqu'à ce
25 qu'elle se stabilise à la valeur constante de 100°C . Cette opération est suivie d'une ouverture des valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2 et des valves de sortie 1324, 1325, 1326 et 1328 pour éliminer suffisamment les gaz des débitmètres 1337, 1338, 1339 et 1341, puis les valves de sortie 1324,
30 1325, 1326 et 1328 sont fermées. On ouvre la valve 1318 de la bouteille 1313 contenant de l'argon gazeux (pureté : 99,999 %) jusqu'à ce que le manomètre de sortie 1336 soit réglé à une pression de 100 kPa, puis on ouvre la valve d'entrée 1323, et on ouvre ensuite progressivement la
35 valve de sortie 1328. Par ailleurs, on ouvre la valve 1315 de la bouteille 1310 qui contient de l'oxygène gazeux (pureté : 99,999 %) jusqu'à ce que le manomètre de sortie 1333 soit réglé à la pression de 100 kPa, et on ouvre ensuite

la valve d'entrée 1320, puis on ouvre progressivement la valve de sortie 1325. A ce moment, le rapport des débits d'écoulement d'oxygène gazeux à l'argon gazeux est réglé à 3:7 au moyen des valves d'entrée 1320 et 1323.

5 On règle les ouvertures des valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2 jusqu'à ce que le manomètre de Pirani 1342 indique $666,5 \cdot 10^{-4}$ Pa, lequel état est maintenu jusqu'à la stabilisation du débit d'écoulement. Ensuite, on ferme progressivement la valve principale 1331 afin d'en réduire
10 l'ouverture pour régler la pression intérieure de la chambre à $133 \cdot 10^{-2}$ Pa. L'obturateur 1308 étant ouvert par manoeuvre de sa tige 1306 de commande, on s'assure de la stabilisation des débitmètres 1338 et 1341, puis on met en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence
15 afin d'appliquer un courant alternatif d'une fréquence de 13,56 MHz, correspondant à une puissance de 100W, entre la cible 1305 et l'élément 1303 de fixation. Dans ces conditions, on forme une couche pendant que les conditions d'équilibre sont maintenues afin qu'une décharge stable
20 puisse être poursuivie. De cette manière, la décharge se poursuit pendant 1 minute pour former une couche intermédiaire de 10 nanomètres d'épaisseur. Ensuite, on arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'interrompre la décharge. On ferme ensuite les valves
25 de sortie 1325 et 1328 et on ouvre complètement la valve principale 1313 afin d'éliminer le gaz de la chambre 1301 jusqu'à ce qu'un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa y soit établi. On élève ensuite la tension d'entrée de l'élément chauffant 1304 en faisant varier sa tension d'alimentation tout en
30 détectant la température du substrat jusqu'à ce qu'elle se stabilise à la valeur constante de 200°C.

On ferme ensuite les valves 1315 et 1318, puis les valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2, et on ouvre ensuite complètement les valves de sortie 1325 et 1328 et les valves
35 d'entrée 1320 et 1323 afin d'effectuer un dégazage suffisant des débitmètres 1338 et 1341 pour y établir le vide. Après fermeture des valves de sortie 1325 et 1328, on ouvre la valve 1314 de la bouteille 1309 contenant du gaz SiF_4

(pureté : 99,999 %) avec une teneur en H_2 de 10 % en volume [désigné ci-après " $SiF_4/H_2(10)$ "] et la valve 1316 de la bouteille 1311 contenant du gaz B_2H_6 dilué avec H_2 à 500 ppm en volume [désigné ci-après " $B_2H_6(500)/H_2$ "] afin de régler
5 à 100 kPa les pressions affichées par les manomètres de sortie 1332 et 1334, puis on ouvre progressivement les valves d'entrée 1319 et 1321 pour introduire du gaz $SiF_4/H_2(10)$ et du gaz $B_2H_6(500)/H_2$ dans les débitmètres 1337 et 1339, respectivement. On ouvre ensuite progressivement les valves
10 de sortie 1324 et 1326. On règle les valves d'entrée 1319 et 1321 afin que le rapport des débits d'écoulement de $SiF_4/H_2(10)$ à $B_2H_6(50)/H_2$ soit de 70:1. Puis, en surveillant attentivement le manomètre de Pirani 1342, on règle l'ouverture de la valve auxiliaire 1329 et on ouvre cette
15 valve 1329 jusqu'à ce que la pression intérieure de la chambre 1301 devienne égale à 133.10^{-2} Pa. Une fois que la pression intérieure de la chambre 1301 s'est stabilisée, on ferme progressivement la valve principale 1331 afin d'en réduire l'ouverture jusqu'à ce que le manomètre de
20 Pirani 1342 indique 66,5 Pa. Après confirmation de la stabilisation de l'alimentation en gaz et de la pression intérieure, on ferme l'obturateur 1308 (qui sert également d'électrode) par manoeuvre de sa tige 1306 de commande, puis on met en marche la source 1343 d'alimentation en
25 énergie à haute fréquence afin d'appliquer de l'énergie à une fréquence de 13,56 MHz entre l'électrode 1303 et l'obturateur 1308, ce qui déclenche une décharge d'effluves dans la chambre 1301 pour établir une puissance d'entrée de 60W. Après que la décharge d'effluves s'est poursuivie pendant
30 3 heures pour former une couche photoconductrice, on diminue l'énergie appliquée à l'élément chauffant 1304 et on arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence, on laisse le substrat refroidir à $100^{\circ}C$, puis on ferme les valves de sortie 1324 et 1326 et les valves d'entrée 1319
35 et 1321, la valve principale 1331 étant complètement ouverte, afin de donner à la pression intérieure de la chambre 1301 une valeur de $666,5.10^{-7}$ Pa. On ouvre ensuite de nouveau les valves 1315 et 1318 et les valves de sortie 1325 et

1328, et on ouvre également l'obturateur 1308 par manoeuvre de sa tige 1306 de commande afin d'établir des conditions analogues à celles utilisées pour la préparation de la couche intermédiaire. Puis on met en marche la source
5 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin de recommencer la décharge d'effluves. La puissance fournie est de 100W, de même que pour la préparation de la couche intermédiaire. Dans ces conditions, la décharge d'effluves est poursuivie pendant 2 minutes pour former une couche su-
10 périeure sur la couche photoconductrice. On arrête ensuite l'élément chauffant 1304 ainsi que la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence. Puis on ferme les valves de sortie 1325 et 1328 et les valves d'entrée 1320 et 1323, la valve principale 1331 étant complètement ouverte,
15 ce qui établit la pression intérieure de la chambre à moins de 133.10^{-5} Pa. Puis on ferme la valve principale 1331 et on donne à la pression intérieure de la chambre une valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330, et on retire le substrat sur lequel
20 chacune des couches a été formée.

Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches est d'environ 9 μ m. L'élément de formation d'image ainsi préparé est placé dans un appareil expérimental de charge et d'exposition à la lumière, et une charge d'effluves est effectuée
25 à +6,0 kV pendant 0,2 seconde, suivie immédiatement de la projection d'une image lumineuse. L'image lumineuse est projetée à travers une mire d'essai du type transparent, avec une lampe au tungstène comme source de lumière, à une de 0,8 lux.seconde.

30 Immédiatement après, un révélateur chargé négativement (contenant un agent de virage et un support) est appliqué en cascade sur la surface de l'élément de formation d'image pour donner une bonne image révélée sur cet élément. Lorsque l'image révélée sur l'élément de formation
35 d'image pour électrophotographie est reproduite sur du papier de copie par charge d'effluves à +5,0 kV, on obtient une image claire, de haute densité, ayant un excellent pouvoir de résolution ainsi qu'une bonne reproductibilité de gradation.

Ensuite, l'élément de formation d'image ci-dessus est soumis à une charge d'effluves au moyen d'un appareil expérimental de charge et d'exposition à la lumière, à -5,5 kV pendant 0,2 seconde, suivie immédiatement d'une exposition de l'image à la lumière, à un dosage de 0,8 lux-seconde, cette opération étant elle-même suivie immédiatement de l'application en cascade, sur la surface de l'élément, d'un révélateur chargé positivement. Ensuite, par reproduction sur du papier de copie et fixage, on obtient une image très claire et nette.

Ainsi qu'il ressort du résultat ci-dessus pris en combinaison avec le résultat précédent, l'élément de formation d'image pour électrophotographie obtenu dans cet exemple présente des caractéristiques de bipolarité, sans dépendance envers la polarité de la charge.

EXEMPLE 28

Les éléments de formation d'image, représentés par des échantillons N° D1 à D8, sont préparés dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que celles utilisées dans l'exemple 27, sauf que la durée de la pulvérisation pour former la couche intermédiaire sur le substrat de molybdène est modifiée comme indiqué ci-dessous dans le tableau XIII, et la formation d'une image est effectuée par mise en place de ces éléments dans le même appareil que celui utilisé dans l'exemple 27 afin de donner les résultats indiqués dans le tableau XIII.

TABLEAU XIII

N° d'échantillon	D1	D2	D3	D4	D5	D6	D7	D8
5	Temps de formation de la couche intermédiaire (s)							
	10	30	50	150	300	500	1000	1200
	Qualité d'image							
	Polarité de charge +							
	Δ	○	⊙	⊙	⊙	○	Δ	X
10	Polarité de charge -							
	X	Δ	⊙	⊙	⊙	○	Δ	X

Appréciations : ⊙ excellent
 ○ bon
 Δ utilisable en pratique
 X mauvais

15 Vitesse de dépôt de la couche intermédiaire : 0,1 nm/s.

Ainsi qu'il ressort des résultats donnés dans le tableau XIII, il est nécessaire de former une couche intermédiaire ayant une épaisseur comprise entre 3 et 100 nanomètres pour atteindre l'objectif de la présente invention.

EXEMPLE 29

Des éléments de formation d'image, représentés par des échantillons N° D9 à D15, sont préparés dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que celles décrites dans l'exemple 27, sauf que le rapport d'alimentation du gaz Ar au gaz O₂ est modifié comme indiqué ci-dessous dans le tableau XIV, et la formation d'une image est effectuée par mise en place de ces éléments dans le même appareil que celui de l'exemple 27 pour donner les résultats indiqués dans le tableau XIV. Les couches intermédiaires des seuls échantillons N° D11 à D15 sont analysées par un procédé à microsonde électronique pour donner les résultats indiqués dans le tableau XV.

Ainsi qu'il ressort des résultats des tableaux XIV et XV, il est nécessaire de former une couche intermédiaire dans laquelle le rapport de Si à O, dans Si_xO_{1-x}

constituant la couche intermédiaire, est compris entre 0,33 et 0,4 pour atteindre les objectifs de la présente invention.

TABLEAU XIV

5	N° d'échantillon	D9	D10	D11	D12	D13	D14	D15
	Ar:O ₂ (rapport des débits d'écoulement)	10:0	9,9:0,1	9,5:0,5	9:1	8:2	7:3	5:5
10	Qualité de l'image copiée :							
	Polarité de charge +	X	X	X	Δ	○	⊙	⊙
	Polarité de charge -	X	X	X	Δ	○	⊙	⊙

TABLEAU XV

15	Si _x O _{1-x}					
	N° d'échantillon	D11	D12	D13	D14	D15
	x	0,44	0,40	0,37	0,33	0,33

20 EXEMPLE 30

Après qu'une couche intermédiaire constituée de a-Si_xO_{1-x} a été formée sur un substrat de molybdène par les mêmes opérations que celles utilisées dans l'exemple 27, on ferme les valves de sortie 1325 et 1328 et l'obturateur 1308. Puis on augmente la tension d'entrée de l'élément chauffant 1304 en faisant varier sa tension d'alimentation tout en détectant la température du substrat jusqu'à ce qu'elle se stabilise à 200°C.

Ensuite, on ouvre complètement la valve de sortie 1324 et la valve d'entrée 1319 afin d'établir également le vide dans le débitmètre 1337.

Après fermeture de la valve d'entrée 1319 et de la valve de sortie 1324, on ouvre la valve 1314 de la bouteille 1309 contenant du SiF₄/H₂(10) et on règle à 100 kPa la pression affichée par le manomètre de sortie 1332, puis on ouvre progressivement la valve d'entrée 1319 afin d'in-

troduire le gaz SiF_4/H_2 (10) dans le débitmètre 1337. Puis on ouvre progressivement la valve de sortie 1324. Ensuite, en surveillant attentivement le manomètre de Pirani 1342, on règle l'ouverture des valves auxiliaires 1329-1 et 5 1329-2 et on les ouvre jusqu'à ce que la pression intérieure de la chambre 1301 devienne égale à 133.10^{-2} Pa. Une fois que la pression intérieure de la chambre 1301 s'est stabilisée, on ferme progressivement la valve principale 1331 afin d'en réduire l'ouverture jusqu'à ce que 10 le manomètre de Pirani 1342 indique 66,5 Pa. Après confirmation de la stabilisation de l'alimentation en gaz et de la pression intérieure, on ferme l'obturateur 1308 par manoeuvre de sa tige 1306 de commande, puis on met en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute 15 fréquence afin d'appliquer de l'énergie à une fréquence de 13,56 MHz entre l'électrode 1303 et l'obturateur 1308, de façon à déclencher une décharge d'effluves dans la chambre 1301 pour établir une puissance d'entrée de 60W. La décharge d'effluves est poursuivie pendant 3 heures 20 pour former une couche photoconductrice, puis on diminue l'alimentation de l'élément chauffant 1304 et on arrête également la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence. Après refroidissement du substrat à une température de 100°C , on ferme la valve de sortie 1324 et la 25 valve d'entrée 1319, la valve principale 1331 étant totalement ouverte afin d'établir dans la chambre 1301 un vide de $666,5.10^{-7}$ Pa ou moins. On ouvre ensuite de nouveau les valves de sortie 1325 et 1328 et l'obturateur. Ensuite, une couche supérieure est formée de la même manière que 30 la couche intermédiaire. Le substrat ainsi préparé est retiré de la chambre 1301. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches s'avère être d'environ $9\text{ }\mu\text{m}$. L'élément de formation d'image ainsi préparé est soumis à un essai de formation d'image sur du papier de copie, de la même 35 manière que celle décrite dans l'exemple 27. Le résultat est que l'image formée par décharge d'effluves négatives est de très bonne qualité et très claire par rapport à celle formée par décharge d'effluves positives. Ce résultat montre

que l'élément de formation d'image préparé dans cet exemple dépend de la polarité de la charge.

EXEMPLE 31

Après formation d'une couche intermédiaire pendant
5 une minute sur un substrat de molybdène, dans des conditions
et par des opérations analogues à celles de l'exemple 27,
on élève la tension d'entrée de l'élément chauffant 1304
en faisant varier la tension d'alimentation tout en détec-
tant la température du substrat jusqu'à ce qu'elle se sta-
10 bilise à 200°C. On établit dans la chambre de déposition
un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa, puis on introduit dans cette même
chambre du gaz $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ par les mêmes opérations que
celles utilisées dans l'exemple 27. Ensuite, sous une
pression de gaz de 100 kPa (affichée sur le manomètre de
15 sortie 1335), appliquée par l'intermédiaire de la valve
d'entrée 1322 et provenant de la bouteille 1312 qui con-
tient du gaz PF_5 dilué avec H_2 à 250 ppm en volume [désigné
ci-après " $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ "], on règle la valve d'entrée 1322
et la valve de sortie 1327 afin que l'ouverture de cette
20 valve 1327 soit déterminée pour que la valeur affichée sur
le débitmètre 1340 puisse être égale à 1/60 du débit d'écou-
lement de $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$, cette opération étant suivie d'une
stabilisation.

Ensuite, l'obturateur 1308 étant fermé par manoeuvre
25 de sa tige 1306 de commande et la source 1343 d'alimentation
en énergie à haute fréquence étant de nouveau mise en marche,
la décharge d'effluves est recommencée. La tension d'entrée
appliquée correspond à une puissance de 60W. Ainsi, la
décharge d'effluves est prolongée pendant 4 heures supplé-
30 mentaires pour former une couche photoconductrice sur la
couche intermédiaire. La puissance d'entrée appliquée à
l'élément chauffant 1304 est diminuée et la source 1343
d'alimentation en énergie à haute fréquence est arrêtée et,
après refroidissement du substrat à 100°C, on ferme les
35 valves de sortie 1327 et 1324 et les valves d'entrée 1319
et 1322, la valve principale 1331 étant complètement ouverte
afin d'établir dans la chambre 1301 un vide d'environ
 $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa.

On ouvre ensuite de nouveau les valves de sortie 1325 et 1328, ainsi que l'obturateur, et on forme une couche supérieure dans des conditions et d'une manière analogues à celles décrites dans l'exemple 27. Puis on arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence et l'élément chauffant 1304, et on ferme les valves de sortie 1325 et 1328, la valve principale 1331 étant complètement ouverte afin d'établir dans la chambre 1301 un vide de 133.10^{-5} Pa, la chambre 1301 étant ensuite mise à l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330, alors que la valve principale 1331 est fermée. Dans ces conditions, on retire le substrat sur lequel les couches ont été formées. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches formées est d'environ 11 μm .

L'élément de formation d'image ainsi préparé est utilisé pour la formation d'une image sur du papier de copie, par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que celles utilisées dans l'exemple 27. L'image formée par décharge d'effluves négatives est excellente et claire par rapport à celle formée par décharge d'effluves positives. Ce résultat montre que l'élément de formation d'image préparé dans cet exemple s'avère être dépendant de la polarité de la charge.

EXEMPLE 32

Après qu'une couche intermédiaire a été formée pendant une minute sur un substrat de molybdène par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que celles de l'exemple 27, on élève la tension d'entrée de l'élément chauffant 1304 en faisant varier sa tension d'alimentation tout en détectant la température du substrat jusqu'à ce qu'elle se stabilise à 200°C. On établit dans la chambre de déposition un vide de $666,5.10^{-7}$ Pa et on introduit dans cette chambre 1301 du gaz SiF_4/H_2 (10) par les mêmes opérations que celles de l'exemple 27. Puis, sous la pression de 100 kPa du gaz B_2H_6 (500)/ H_2 provenant de la bouteille 1311 par l'intermédiaire de la valve d'entrée 1321 (cette pression étant affichée au manomètre de sortie 1334), on règle la valve d'entrée 1321 et la valve de sortie 1326 afin que l'ouverture de cette valve 1326 soit déterminée pour

que la valeur affichée sur le débitmètre 1339 puisse être égale à 1/15 du débit d'écoulement du gaz SiF_4/H_2 (10), cette opération étant suivie d'une stabilisation.

Ensuite, l'obturateur 1308 étant fermé par manoeuvre de sa tige 1306 de commande, on remet en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin que la décharge d'effluves reprenne. La tension d'entrée appliquée correspond à une puissance de 10W. Ainsi, la décharge d'effluves est prolongée pendant 4 heures supplémentaires pour former une couche photoconductrice sur la couche intermédiaire. La puissance d'entrée de l'élément chauffant 1304 est ensuite atténuée et la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence est arrêtée et, après refroidissement du substrat à 100°C, on ferme les valves de sortie 1324 et 1326 et les valves d'entrée 1319 et 1321, la valve principale 1331 étant complètement ouverte afin d'établir dans la chambre un vide d'environ $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa. Ensuite, on ouvre de nouveau les valves de sortie 1325 et 1328 et l'obturateur 1308, et on forme une couche supérieure par une opération analogue à celle décrite dans l'exemple 27. Le vide est ensuite fait dans la chambre. Puis on met la chambre 1301 à l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330 alors que la valve principale 1331 est fermée, et on retire le substrat. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches formées est d'environ 10 μm .

L'élément de formation d'image ainsi préparé est utilisé pour former une image sur du papier de copie par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que celles de l'exemple 27. Le résultat est que l'image formée par décharge d'effluves positives est d'excellente qualité et extrêmement claire par rapport à celle formée par décharge d'effluves négatives. Ces résultats montrent que l'élément de formation d'image obtenu dans cet exemple dépend de la polarité de la charge, la dépendance étant cependant opposée à celle des éléments de formation d'image obtenus dans les exemples 30 et 31.

EXEMPLE 33

On remplace au préalable la bouteille 1309 de SiF_4/H_2 (10) par une bouteille contenant du SiF_4 dilué avec Ar à 5 % en volume [désigné ci-après " $\text{SiF}_4(5)/\text{Ar}$ " 7].

- 5 Ensuite, après formation d'une couche intermédiaire sur un substrat de molybdène d'une manière analogue à celle décrite dans l'exemple 27 et dégazage de la chambre 1301 de déposition, on ferme la valve principale 1331 alors que la valve de fuite 1330 est ouverte de manière à mettre
10 la chambre 1301 de déposition à l'atmosphère, et on remplace la cible 1305 de SiO_2 par une cible de silicium polycristallin à haute pureté. Puis, la valve de fuite 1330 étant fermée, on établit dans la chambre un vide d'environ $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa, et on ouvre les valves auxiliaires 1329-1
15 et 1329-2 ainsi que la valve de sortie 1324 pour dégazer suffisamment le débitmètre 1337, puis on ferme la valve de sortie 1324 et les valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2.

- On maintient le substrat 1302 à 200°C en alimentant en énergie l'élément chauffant 1304. Ensuite, en
20 ouvrant la valve 1314 de la bouteille 1309 de gaz $\text{SiF}_4(5)/\text{Ar}$, on règle à 100 kPa la pression de sortie affichée sur le manomètre 1332 de sortie. Puis on ouvre progressivement la valve d'entrée 1319 afin d'introduire du gaz $\text{SiF}_4(5)/\text{Ar}$ dans le débitmètre 1337, et on ouvre ensuite successivement
25 et progressivement la valve de sortie 1324, puis les valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2.

- Tout en surveillant la pression intérieure de la chambre 1301 à l'aide du manomètre de Pirani 1342, on règle la valve de sortie 1324 afin d'introduire le gaz à une
30 pression de $666,5 \cdot 10^{-4}$ Pa. Une fois que le débit d'écoulement s'est stabilisé dans ces conditions, on ferme progressivement la valve principale 1331 afin d'en réduire l'ouverture jusqu'à ce que la pression intérieure de la chambre devienne égale à $133 \cdot 10^{-2}$ Pa. Après confirmation de la
35 stabilisation du débitmètre 1337, on met en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence et on fait circuler un courant alternatif d'une fréquence de 13,56 MHz, correspondant à une puissance de 100W, entre

la cible 1305 et l'élément 1303 de fixation. On maintient les conditions d'équilibre afin qu'une décharge stable puisse se poursuivre dans ces conditions pour former une couche. Après qu'une couche photoconductrice a été formée

5 par poursuite de la décharge pendant 3 heures de cette manière, on arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence, ainsi que l'alimentation de l'élément chauffant 1304. Après que la température du substrat est redescendue à 100°C ou moins, on ferme la valve de sortie

10 1324 et la valve d'entrée 1319, puis on ouvre complètement la valve principale 1331. Une fois que la pression intérieure de la chambre a été amenée à $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa ou moins, on ouvre de nouveau les valves de sortie 1325 et 1328 et l'obturateur 1308, et on forme une couche supérieure d'une

15 manière analogue à celle utilisée pour la formation de la couche intermédiaire, sauf que le rapport des débits d'écoulement du gaz O_2 au gaz Ar est de 6:4. L'élément de formation d'image ainsi préparé est retiré de la chambre 1301. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches formées est

20 d'environ 9 μm .

L'élément de formation d'image ainsi préparé est utilisé pour former des images sur du papier de copie, par les mêmes opérations que celles utilisées dans l'exemple

25 27. L'image ainsi formée par décharge d'effluves négatives est de très bonne qualité et très claire par rapport à celle formée par décharge d'effluves positives. Ces résultats montrent que l'élément de formation d'image préparé dans cet exemple dépend de la polarité de la charge.

EXEMPLE 34

30 Après que la bouteille 1313 de gaz Ar a été remplacée par une bouteille de gaz Ar contenant du gaz O_2 à 30 % en volume (désigné ci-après " $O_2(30)/Ar$ "), on forme une couche intermédiaire pendant une minute sur chacun de dix substrats de molybdène, par des opérations et dans des con-

35 ditions analogues à celles décrites dans l'exemple 27, et on forme une couche photoconductrice pendant 5 heures sur chaque couche intermédiaire précitée. Ensuite, on forme une couche supérieure comme indiqué dans le tableau XVI, sur

chacune des couches photoconductrices indiquées ci-dessus.

Dans le cas d'un échantillon D16, la bouteille 1312 de $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille de $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ et la bouteille 1310 de gaz O_2 est remplacée
5 par une bouteille de gaz SiH_4 (pureté : 99,999 %) dilué avec H_2 à 10 % en volume (désigné ci-après " $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ "). Après formation d'une couche intermédiaire et d'une couche photoconductrice, on arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence, puis on ferme les valves
10 d'entrée 1324 et 1326. On ouvre complètement la valve principale 1331 afin d'établir dans l'appareil un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa. On ouvre ensuite les valves 1315 et 1317 et les valves d'entrée 1320 et 1322, ainsi que les valves de sortie 1325 et 1327 afin d'introduire du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$
15 et du gaz $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ dans la chambre. On règle les valves d'entrée 1320 et 1322 de manière que le rapport des débits d'écoulement du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ au gaz $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ puisse être de 1:9. On règle ensuite la pression intérieure de la chambre à 66,5 Pa au moyen des valves auxiliaires 1329-1
20 et 1329-2 et de la valve principale 1331. Après confirmation de la stabilisation des débits d'écoulement et de la pression intérieure de la chambre, ainsi que de la fermeture de l'obturateur 1308, on met en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer
25 de l'énergie à une fréquence de 13,56 MHz, correspondant à une puissance de 3W, entre l'électrode 1303 et l'obturateur 1308. Après que la décharge d'effluves s'est poursuivie pendant 2 minutes, on arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence et l'élément chauffant 1304.
30 Après que la température du substrat est redescendue à 100°C ou moins, on ferme les valves de sortie 1325 et 1327 et on ouvre complètement la valve principale 1331 afin d'établir dans la chambre un vide de $133 \cdot 10^{-5}$ Pa ou moins. On ferme ensuite la valve principale 1331 et on donne à la
35 pression intérieure de la chambre une valeur égale à celle de l'atmosphère pour permettre l'enlèvement du substrat.

Dans le cas d'un échantillon D17, la bouteille 1315 de gaz O_2 est remplacée par une bouteille de $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$, et la bouteille 1312 de $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ est remplacée par une

bouteille de gaz N_2 à haute pureté (pureté : 99,999 %). Le rapport des débits d'écoulement de $SiH_4(10)/H_2$ à N_2 est de 1:10.

Dans le cas d'un échantillon D18, la bouteille
5 1315 de gaz O_2 est remplacée par une bouteille de $SiH_4(10)/H_2$,
et la bouteille 1312 de $PF_5(250)/H_2$ est remplacée par une
bouteille de gaz NH_3 dilué avec H_2 à 10 % en volume (dési-
gné ci-après " $NH_3(10)/H_2$ "). Dans le cas d'échantillons D17
et D18, chaque couche supérieure est formée dans les mêmes
10 conditions et par les mêmes opérations que celles de l'échan-
tillon D16, sauf que le rapport des débits d'écoulement de
 $SiH_4(10)/H_2$ à $NH_3(10)/H_2$ est de 1:2.

Dans le cas d'un échantillon D19, la bouteille
1312 de $PF_5(250)/H_2$ est remplacée par une bouteille de
15 $C_2H_4(10)/H_2$, et le rapport des débits d'écoulement de
 $SiF_4/H_2(10)$ à $C_2H_4(10)/H_2$ est de 1:9.

Dans le cas d'un échantillon D20, la bouteille
1312 de $PF_5(250)/H_2$ est remplacée par une bouteille de gaz
 N_2 à haute pureté (pureté : 99,999 %), et le rapport des
20 débits d'écoulement du gaz $SiF_4/H_2(10)$ au gaz N_2 est de
1:50.

Dans le cas de l'échantillon D21, la bouteille
1312 de $PF_5(250)/H_2$ est remplacée par une bouteille de
 $NH_3(10)/H_2$, et le rapport des débits d'écoulement de
25 $SiF_4/H_2(10)$ à $NH_3(10)/H_2$ est de 1:2.

Dans le cas des échantillons D19, D20 et D21,
chaque couche supérieure est formée dans les mêmes condi-
tions et de la même manière que pour l'échantillon D16,
hormis que le courant alternatif appliqué correspond à
30 une puissance d'entrée de 60W et hormis également les con-
ditions indiquées précédemment.

Dans le cas d'un échantillon D22, la bouteille
1312 de gaz $PF_5(250)/H_2$ est remplacée au préalable par une
bouteille de $Si(CH_3)_4(10)/H_2$. Après formation d'une couche
photoconductrice, on ferme les valves de sortie 1324 et
35 1326 et on ouvre complètement la valve principale 1331
afin d'établir dans la chambre un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa.
Puis on introduit dans la chambre du $Si(CH_3)_4(10)/H_2$ par
l'intermédiaire de la valve d'entrée 1322 et de la valve de

sortie 1327. La pression intérieure de la chambre est réglée à 66,5 Pa au moyen des valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2 et de la valve principale 1331. Après confirmation de la stabilisation des débits d'écoulement et de la pression intérieure de la chambre, on met en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer de l'énergie à une fréquence de 13,56 MHz, correspondant à une puissance de 3W, entre les électrodes 1303 et 1308. La décharge d'effluves est poursuivie pendant 2 minutes. Après que l'élément chauffant 1304 a été arrêté, de même que la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence, on laisse le substrat revenir à 100°C, puis on ferme la valve de sortie 1327, la valve principale 1331 étant complètement ouverte afin de donner à la pression intérieure de la chambre une valeur inférieure à 133.10^{-5} Pa. On ferme ensuite la valve principale 1331 et on donne à la pression intérieure de la chambre une valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330, et on retire le substrat.

Dans le cas des échantillons D23 et D24, la bouteille 1312 de $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille de $\text{N}_2(50)/\text{Ar}$. En outre, dans le cas de l'échantillon D23, on utilise comme cible du silicium polycristallin (pureté : 99,999 %). Dans le cas de l'échantillon D24, on utilise comme cible du Si_3N_4 de haute pureté. Dans chaque cas, après formation d'une couche photoconductrice, on donne à la pression intérieure de l'appareil une valeur de $666,5.10^{-7}$ Pa, toutes les valves étant fermées. Puis on ouvre la valve 1317 de la bouteille 1312 de $\text{N}_2(50)/\text{Ar}$ jusqu'à ce que la pression de sortie (affichée sur le manomètre de sortie 1335) soit réglée à 100 kPa. Ensuite, on ouvre la valve d'entrée 1322, la valve de sortie 1327 et les valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2 afin d'introduire des gaz dans la chambre. On règle les valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2 jusqu'à ce que la pression intérieure devienne égale à $666,5.10^{-4}$ Pa (affichée au manomètre de Pirani 1342). En outre, on règle à 133.10^{-2} Pa la pression intérieure à l'aide de la valve principale 1331.

Ensuite, on ouvre l'obturateur 1308 par manoeuvre de sa tige 1306 de commande. On met en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer un courant alternatif d'une fréquence de 13,56 MHz, correspondant à une puissance de 100W, entre la cible 1305 et l'élément 1303 de fixation. Après formation d'une couche supérieure pendant 2 minutes dans ces conditions, on arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence, puis on ferme les valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2, la valve de sortie 1328 et la valve d'entrée 1323, et on ouvre ensuite complètement la valve principale 1331. Après établissement d'un vide de 133.10^{-5} Pa ou moins dans la chambre, on ferme la valve principale 1331 afin de donner à la pression intérieure de la chambre une valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330, et on retire le substrat.

Dans le cas de l'échantillon D25, une couche supérieure est formée dans les mêmes conditions et de la même manière que pour l'échantillon D24, sauf que la cible 1305 de SiO_2 est remplacée par un stratifié dans lequel du graphite est appliqué sur du silicium polycristallin, avec un rapport de surfaces de 1:9.

A l'aide des éléments de formation d'image D16 à D25 ainsi préparés, on forme des images révélées, de la même manière que celle décrite dans l'exemple 27. On obtient pour résultats des images ayant une excellente résolution, une excellente gradation et une excellente densité, aussi bien dans la combinaison d'une charge d'effluves à -6 kV et d'un révélateur chargé positivement, que d'une combinaison d'une charge d'effluves à +6 kV et d'un révélateur chargé négativement.

T A B L E A U XVI

N° d'échantillon	Couche supérieure	Conditions de préparation				
		Gaz de départ ou cible	Rapport des débits d'écoulement ou des surfaces	Procédé de préparation	Puissance (W)	Epaisseur de la couche (nm)
D16	A	SiH ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) C ₂ H ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiH ₄ (10)/H ₂ : C ₂ H ₄ (10)/H ₂ : ... 1:9	Effluves	3	12
D17	B	SiH ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) N ₂	SiH ₄ (10)/H ₂ :N ₂ ... 1:10	Effluves	3	12
D18	C	SiH ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) NH ₃ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiH ₄ (10)/H ₂ : NH ₃ (10)/H ₂ : ... 1:2	Effluves	3	12
D19	D	SiF ₄ (teneur en H ₂ : 10 % vol.) C ₂ H ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiF ₄ /H ₂ (10) : C ₂ H ₄ (10)/H ₂ : ... 1:9	Effluves	60	12

T A B L E A U XVI (Suite)

D20	E	SiF ₄ (teneur en H ₂ : 10 % vol.) NH ₃ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiF ₄ /H ₂ (10): NH ₃ (10)/H ₂ ... 1:20	Effluves	60	12
D21	F	SiF ₄ (teneur en H ₂ : 10 % vol.)	SiF ₄ /H ₂ (10):N ₂ ... 1:50	Effluves	60	12
D22	G	Si(CH ₃) ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	-	Effluves	3	12
D23	H	Cible de Si polycris- tallin N ₂ (dilué avec Ar à 50 % vol.)	-	Pulvérisa- tion	100	20
D24	I	Cible de Si ₃ N ₄ N ₂ (dilué avec Ar à 50 % vol.)	-	Pulvérisa- tion	100	20
D25	J	Cible de Si polycris- tallin Cible de graphite	C:Si = 9:1	Pulvérisa- tion	100	20

EXEMPLE 35

A l'aide d'un appareil tel que montré sur la figure 15, placé dans une chambre propre qui a été complètement blindée, on prépare un élément de formation d'image pour électrographie par les opérations suivantes.

Un substrat 1509 de molybdène, ayant la forme d'un carré de 10 cm de côté et d'une épaisseur de 0,5 mm, dont la surface a été nettoyée, est fixé fermement sur un élément 1503 de fixation placé dans une position pré-déterminée dans une chambre 1501 de déposition par décharge d'effluves. Le substrat 1509 est chauffé par un élément chauffant 1508, disposé à l'intérieur de l'élément 1503 de fixation, avec une précision de $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$. La température est mesurée directement sur la face arrière du substrat par un thermocouple alumel-chromel. Ensuite, après confirmation de la fermeture de toutes les valves de l'appareil, on ouvre la valve principale 1510 afin de décharger le gaz de la chambre 1501 jusqu'à ce qu'un vide d'environ $666,5 \cdot 10^{-6}$ Pa soit fait dans cette chambre. On élève ensuite la tension d'entrée de l'élément chauffant 1508 en faisant varier la tension d'alimentation tout en détectant la température du substrat jusqu'à ce qu'elle se stabilise à la valeur constante de 200°C .

On ouvre ensuite complètement les valves auxiliaires 1547-1 et 1547-2, puis les valves de sortie 1529, 1530, 1531 et 1534 et les valves d'entrée 1523, 1524, 1525 et 1528 afin de dégazer suffisamment les débitmètres 1517, 1518, 1519 et 1522 pour y établir le vide. Après fermeture des valves auxiliaires 1547-1 et 1547-2 et des valves 1529, 1530, 1531, 1534, 1523, 1524, 1525 et 1528, on ouvre la valve 1535 de la bouteille 1511 contenant du gaz SiH_4 (pureté : 99,999 %) dilué avec H_2 à 10 % en volume [désigné ci-après " $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ "] et la valve 1536 de la bouteille 1512 contenant de l'oxygène gazeux afin de régler à 100 kPa les pressions affichées par les manomètres de sortie 1541 et 1542, puis on ouvre progressivement les valves d'entrée 1523 et 1524 afin d'introduire du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ et de l'oxygène gazeux dans les débitmètres 1517

et 1518, respectivement. Ensuite, on ouvre progressivement les valves de sortie 1529 et 1530, puis on ouvre les valves auxiliaires 1547-1 et 1547-2. On règle les valves d'entrée 1523 et 1524 afin que le rapport d'alimentation du gaz

5 $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ à l'oxygène soit de 10:1. Ensuite, en surveillant attentivement le manomètre de Pirani 1548, on règle l'ouverture des valves auxiliaires 1547-1 et 1547-2 et on ouvre ces valves auxiliaires 1547-1 et 1547-2 jusqu'à ce que la pression intérieure de la chambre 1501 devienne

10 égale à 133.10^{-2} Pa. Une fois que la pression intérieure de la chambre 1501 s'est stabilisée, on ferme progressivement la valve principale 1510 afin d'en réduire l'ouverture jusqu'à ce que le manomètre de Pirani 1548 indique

15 66,5 Pa. Après confirmation de la stabilisation de l'alimentation en gaz et de la pression intérieure, on ferme l'obturateur 1505 (qui sert également d'électrode), puis on met en marche la source 1508 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer de l'énergie à une

20 fréquence de 13,56 MHz entre l'électrode 1503 et l'obturateur 1505, ce qui déclenche une décharge d'effluves dans la chambre 1501 pour établir une puissance d'entrée de 3W. Pour former du $\text{a}-(\text{Si}_x\text{O}_{1-x})\text{:H}_{1-y}$ dans les conditions indiquées ci-dessus, on maintient les mêmes conditions pendant une minute afin de former une couche intermédiaire.

25 On arrête ensuite la source 1549 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'interrompre la décharge d'effluves.

Ensuite, on ouvre la valve 1540 de la bouteille 1516 contenant du gaz SiF_4 (pureté : 99,999 %) avec une teneur en H_2 de 10 % en volume [désigné ci-après " $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ "]

30 et la valve 1537 de la bouteille 1513 contenant du gaz B_2H_6 dilué avec H_2 à 500 ppm en volume [désigné ci-après " $\text{B}_2\text{H}_6(500)/\text{H}_2$ "] afin de régler à 100 kPa les pressions affichées par les manomètres de sortie 1546 et 1543, puis on ouvre les valves d'entrée 1525 et 1528 afin d'introduire

35 du gaz SiF_4/H_2 et du gaz $\text{B}_2\text{H}_6(500)/\text{H}_2$ dans les débitmètres 1543 et 1546, respectivement. Ensuite, on ouvre progressivement les valves de sortie 1531 et 1534, puis on ouvre la valve auxiliaire 1547-1. On règle les valves de sortie

1531 et 1534 afin que les ouvertures de ces valves 1531 et 1534 soient déterminées pour que la valeur affichée par le débitmètre 1519 puisse être égale à $1/70$ du débit d'écoulement de $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$, cette opération étant suivie
5 d'une stabilisation.

Ensuite, on remet en marche la source 1549 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin de produire la décharge d'effluves. La puissance d'entrée est de 60W, c'est-à-dire supérieure à celle utilisée pour la
10 couche intermédiaire. Après que la décharge d'effluves s'est poursuivie pendant 3 heures pour former une couche photoconductrice, on arrête l'élément chauffant 1508 ainsi que la source 1549 d'alimentation en énergie à haute fréquence, on laisse le substrat refroidir à 100°C , puis on
15 ferme les valves de sortie 1531 et 1534 et les valves d'entrée 1523, 1524, 1525 et 1528, la valve principale 1510 étant complètement ouverte afin de donner à la pression intérieure de la chambre 1501 une valeur de 133.10^{-5} Pa ou moins. Ensuite, on ferme la valve principale 1510 et
20 on donne à la pression intérieure de la chambre 1501 une valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1506, et on retire le substrat sur lequel les différentes couches ont été formées. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches est d'environ $9\text{ }\mu\text{m}$.
25 L'élément de formation d'image ainsi préparé est placé dans un appareil expérimental de charge et d'exposition à la lumière, et une charge d'effluves est effectuée à $+6,0\text{ kV}$ pendant 0,2 seconde, suivie immédiatement de la projection d'une image lumineuse. L'image lumineuse est
30 projetée à travers une mire d'essai du type transparent, avec une lampe au tungstène comme source de lumière, à un dosage de $1,0\text{ lux.seconde}$.

Immédiatement après, un révélateur chargé négativement (contenant un agent de virage et un support) est
35 appliqué en cascade sur la surface de l'élément afin que l'on obtienne une bonne image révélée sur cet élément. Lorsque l'image révélée sur l'élément de formation d'image est reproduite sur du papier de copie par charge d'effluves

à +5,0 kV, on obtient une image claire, de haute densité, ayant une excellente résolution ainsi qu'une bonne reproductibilité de gradation.

5 Ensuite, l'élément de formation d'image ci-dessus est soumis à une charge d'effluves au moyen d'un appareil expérimental de charge et d'exposition à la lumière, à -5,5 kV, pendant 0,2 seconde, cette charge étant suivie immédiatement d'une exposition de l'image à la lumière, à un dosage de 0,8 lux.seconde, opération elle-même suivie
10 immédiatement de l'application en cascade sur la surface de l'élément, d'un révélateur chargé positivement. Ensuite, par reproduction sur du papier de copie et fixage, on obtient une image très claire et nette.

Ainsi qu'il ressort du résultat ci-dessus pris
15 en combinaison avec le résultat précédent, l'élément de formation d'image pour électrophotographie obtenu dans cet exemple présente des caractéristiques de bipolarité sans dépendance envers la polarité de la charge.

EXEMPLE 36

20 Des éléments de formation d'image, représentés par des échantillons N° E1 à E8, sont préparés dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que celles décrites dans l'exemple 35, sauf que la durée de la pulvérisation pour former la couche intermédiaire sur le substrat
25 de molybdène est modifiée comme indiqué ci-dessous dans le tableau XVII, et une image est formée par mise en place de ces éléments dans le même appareil que celui décrit dans l'exemple 40 pour donner les résultats indiqués dans le tableau XVII.

TABLEAU XVII

N° d'échantillon	E1	E2	E3	E4	E5	E6	E7	E8
5	Temps de formation de la couche intermédiaire (s)							
	10	30	50	180	420	600	1000	1200
	Qualité de l'image :							
	Polarité de charge +							
10	Δ	○	⊙	⊙	⊙	○	Δ	X
	Polarité de charge -							
	X	Δ	⊙	⊙	⊙	○	Δ	X

Appréciations : ⊙ excellent

○ bon

Δ utilisable en pratique

X mauvais

Vitesse de dépôt du film de la couche intermédiaire : 0,1 nm/s.

20 Ainsi qu'il ressort des résultats donnés dans le tableau XVII, il est nécessaire de former une couche intermédiaire ayant une épaisseur comprise entre 3 et 100 nanomètres.

EXEMPLE 37

25 Des éléments de formation d'image, représentés par des échantillons N° E9 à E15, sont préparés dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que celles décrites dans l'exemple 35, sauf que le rapport des débits d'alimentation de $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ à O_2 est modifié comme indiqué ci-dessus dans le tableau XVII, et une image est formée par mise en place des éléments dans le même appareil que celui utilisé dans l'exemple 40 pour donner les résultats indiqués dans le tableau XVII. Les couches intermédiaires des seuls échantillons N° E11 à E15 sont analysées par un procédé à microsonde électronique pour donner les résultats indiqués dans le tableau XIX.

Ainsi qu'il ressort des résultats des tableaux XVIII et XIX, il est souhaitable de former une couche intermédiaire dans laquelle le rapport de Si à O, à savoir $\underline{x}$,

est compris entre 0,33 et 0,40.

TABLEAU XVIII

N° d'échantillon	E9	E10	E11	E12	E13	E14	E15
5	SiH ₄ (10)/H ₂ :O ₂ (rapport des débits d'écoulement des gaz)						
	100: 1	100: 2	100: 4	100: 6	100: 8	10:1	10: 1,5
10	Qualité de l'image copiée :						
	Polarité de charge +	×	×	×	Δ	⊙	⊙
	Polarité de charge -	×	×	×	Δ	⊙	⊙

15

TABLEAU XIX

Si _x O _{1-x}					
N° d'échantillon	E11	E12	E13	E14	E15
x	0,45	0,40	0,36	0,33	0,33

20 EXEMPLE 38

Un substrat de molybdène est fixé comme décrit dans l'exemple 35. Une couche intermédiaire est ensuite formée par les mêmes opérations que celles décrites dans l'exemple 35. Ensuite, on ferme les valves 1535 et 1536.

25 Puis on ouvre complètement la valve auxiliaire 1547, puis les valves de sortie 1524 et 1530 et les valves d'entrée 1523 et 1524 afin de dégazer suffisamment les débitmètres 1517 et 1518. Après fermeture des valves auxiliaires 1547-1 et 1547-2, ainsi que des valves 1529, 1530, 1523 et 1524,

30 on ouvre la valve 1540 de la bouteille 1516 contenant du SiF₄/H₂(10) et on règle à 100 kPa la pression affichée par le manomètre de sortie 1546, puis on ouvre progressivement la valve d'entrée 1528 afin d'introduire du gaz SiF₄/H₂(10) dans le débitmètre 1522. Ensuite, on ouvre

35 progressivement la valve de sortie 1534. Puis, en surveillant attentivement le manomètre de Pirani 1548, on règle l'ouverture des valves auxiliaires 1547-1 et 1547-2 et on

ouvre ces valves jusqu'à ce que la pression intérieure de la chambre 1501 devienne égale à 133.10^{-2} Pa. Après que la pression intérieure de la chambre s'est stabilisée, on ferme progressivement la valve principale 1510 afin d'en

5 réduire l'ouverture jusqu'à ce que le manomètre de Pirani 1548 indique 66,5 Pa. Après confirmation de la stabilisation de l'alimentation en gaz et de la pression intérieure, on ferme l'obturateur 1505 (qui sert d'électrode), puis on met en marche la source 1549 d'alimentation en énergie

10 à haute fréquence afin d'appliquer de l'énergie à une fréquence de 13,56 MHz entre l'électrode 1503 et l'obturateur 1505, de façon à déclencher une décharge d'effluves dans la chambre 1501 pour établir une puissance d'entrée de 60W. La décharge d'effluves est poursuivie pendant

15 3 heures pour former une couche photoconductrice, puis l'élément chauffant 1508 est arrêté, de même que la source 1549 d'alimentation en énergie à haute fréquence. Après refroidissement du substrat à une température de 100°C , on ferme la valve de sortie 1534 et la valve d'entrée

20 1528, la valve principale 1510 étant complètement ouverte afin d'établir dans la chambre 1501 un vide de 133.10^{-5} Pa ou moins. On ferme ensuite la valve principale 1510 et on donne à la pression intérieure de la chambre 1501 une valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire

25 de la valve de fuite 1506, et on retire le substrat sur lequel les différentes couches ont été formées. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches s'avère être d'environ 15 μm . L'élément de formation d'image ainsi préparé est soumis à un essai de formation d'image sur du papier de

30 copie dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que celles décrites dans l'exemple 35. Le résultat est que l'image formée par décharge d'effluves négatives est de très bonne qualité et très claire par rapport à celle formée par décharge d'effluves positives. Ces résultats

35 montrent que l'élément de formation d'image préparé dans cet exemple dépend de la polarité de la charge.

EXEMPLE 39

Après formation d'une couche intermédiaire pendant 1 minute sur un substrat de molybdène par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que décrit dans l'exemple 5 35, on arrête la source 1549 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'interrompre la décharge d'effluves. Dans ces conditions, on ferme les valves de sortie 1529 et 1530, et on ouvre la valve 1540 de la bouteille 1516 de SiF_4/H_2 (10) et la valve 1538 de la bouteille 1514 contenant du gaz PF_5 dilué avec H_2 à 250 ppm en volume 10 $\left[\text{désigné ci-après "PF}_5(150)/\text{H}_2" \right]$. Puis on ouvre les valves d'entrée 1528 et 1526 pour introduire les gaz SiF_4/H_2 (10) et $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ dans les débitmètres 1522 et 1520. On règle les valves de sortie 1534 et 1532 afin 15 que leurs ouvertures soient déterminées pour que la valeur affichée sur le débitmètre 1520 puisse être égale à 1/60 du débit d'écoulement du gaz SiF_4/H_2 (10), cette opération étant suivie d'une stabilisation.

Ensuite, on met en marche la source d'alimenta- 20 tion en énergie à haute fréquence afin que la décharge d'effluves reprenne. La puissance d'entrée est de 60W, c'est-à-dire supérieure à celle utilisée pour la formation de la couche intermédiaire. Après que la décharge d'effluves s'est poursuivie pendant 4 heures supplémentaires pour former une couche photoconductrice, on arrête l'élément chauffant 1508 ainsi que la source 1549 d'alimentation en énergie 25 à haute fréquence, on laisse le substrat refroidir à 100°C, puis on ferme les valves de sortie 1534 et 1532 et les valves d'entrée 1523, 1524, 1526 et 1528, la valve principale 1510 étant complètement ouverte afin de donner à la 30 pression intérieure de la chambre 1501 une valeur de 133.10^{-5}Pa ou moins. On ferme ensuite la valve principale 1510 et on donne à la pression intérieure de la chambre 1501 une valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire de la 35 valve de fuite 1506, et on retire le substrat sur lequel chacune des couches a été formée. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches est d'environ 11 μm .

L'élément de formation d'image ainsi préparé est soumis à un essai de formation d'image sur du papier de copie, par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que celles décrites dans l'exemple 35. Le résultat est que
5 l'image formée par décharge d'effluves négatives est de très bonne qualité et très claire par rapport à celle formée par décharge d'effluves positives. Ces résultats montrent que l'élément de formation d'image préparé dans cet exemple dépend de la polarité de la charge.

10 EXEMPLE 40

La couche intermédiaire et la couche photoconductrice sont formées sur le substrat de molybdène dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que celles décrites dans l'exemple 35, sauf que, après formation de
15 la couche intermédiaire sur le substrat de molybdène, on fait passer à 1:15 le rapport d'alimentation du gaz $B_2H_6(500)/H_2$ au gaz $SiF_4/H_2(10)$ pour former la couche photoconductrice.

L'élément de formation d'image pour électrophotographie ainsi préparé est soumis à un essai de formation d'image sur du papier de copie. Le résultat est que l'image formée par décharge d'effluves positives est de très bonne qualité et très claire par rapport à celle formée par décharge d'effluves négatives. Ce résultat montre que l'élément de formation d'image préparé dans cet exemple dépend
25 de la polarité de la charge. Cependant, la dépendance envers la polarité de la charge est opposée à celle des éléments de formation d'image obtenus dans les exemples 38 et 39.

EXEMPLE 41

30 Une plaque 1509 de molybdène est fixée fermement sur un élément 1503 de fixation placé dans une position prédéterminée à l'intérieur d'une chambre 1501 de déposition, d'une manière analogue à celle décrite dans l'exemple 35. La cible 1504 utilisée est une cible de SiO_2 à haute
35 pureté. Après confirmation de la fermeture de toutes les valves de l'appareil, on ouvre complètement la valve principale 1510 et on établit dans la chambre 1501 un vide d'environ $666,5 \cdot 10^{-6}$ Pa. Ensuite, on élève la tension

d'entrée de l'élément chauffant 1508 en faisant varier la tension d'alimentation tout en détectant la température du substrat jusqu'à ce qu'elle se stabilise à la valeur constante de 200°C. Cette opération est suivie de l'ouverture des valves auxiliaires 1547-1 et 1547-2 et des valves de sortie 1529, 1531, 1533 et 1534 afin d'éliminer suffisamment les gaz des débitmètres 1517, 1519, 1521 et 1522, puis on ferme les valves de sortie 1529, 1531, 1533 et 1534 et les valves auxiliaires 1547-1 et 1547-2. On ouvre la valve 1539 de la bouteille 1515 contenant de l'argon gazeux (pureté : 99,999 %) avec une teneur en H_2 de 30 % en volume (désigné ci-après " $Ar/H_2(30)$ ") jusqu'à ce que le manomètre de sortie 1545 affiche une pression réglée à 100 kPa, puis on ouvre la valve d'entrée 1527 et on introduit ensuite le gaz $Ar/H_2(30)$ dans le débitmètre 1521. On ouvre progressivement les valves auxiliaires 1547-1 et 1547-2, ainsi que la valve de sortie 1533 jusqu'à ce que le manomètre de Pirani 1548 indique $666,5 \cdot 10^{-4}$ Pa. Cet état est maintenu jusqu'à ce que le débit d'écoulement soit stabilisé. On ferme ensuite progressivement la valve principale 1510 afin d'en réduire l'ouverture pour régler la pression intérieure de la chambre à $133 \cdot 10^{-2}$ Pa. L'obturateur 1505 étant ouvert par manoeuvre de sa barre 1507 de commande, on s'assure de la stabilisation du débitmètre 1521, puis on met en marche la source d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer un courant alternatif d'une fréquence de 13,56 MHz, correspondant à une puissance de 100W, entre la cible 1504 et l'élément 1503 de fixation. Dans ces conditions, on forme une couche tout en maintenant les conditions d'équilibre afin qu'une décharge stable puisse se poursuivre. De cette manière, la décharge est poursuivie pendant une minute pour former une couche intermédiaire d'une épaisseur de 6 nanomètres. On arrête ensuite la source 1549 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'interrompre la décharge. Puis on ferme la valve de sortie 1533 et on ouvre complètement la valve principale 1510 afin de décharger le gaz de la chambre 1501 jusqu'à ce qu'un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa soit fait dans cette dernière.

On ferme ensuite la valve 1539, et on ouvre complètement les valves auxiliaires 1547-1 et 1547-2, puis la valve de sortie 1533 et la valve d'entrée 1527 afin de dégazer suffisamment le débitmètre 1521 pour y

5 établir le vide. Après fermeture des valves auxiliaires 1547-1 et 1547-2, on ouvre la valve 1540 de la bouteille 1516 contenant du $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ et la valve 1537 de la bouteille 1513 contenant du $\text{B}_2\text{H}_6(500)/\text{H}_2$ afin de régler à 100 kPa les pressions affichées par les manomètres de

10 sortie 1546 et 1543, puis on ouvre progressivement les valves d'entrée 1528 et 1525 pour permettre au gaz $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ et au gaz $\text{B}_2\text{H}_6(500)/\text{H}_2$ de pénétrer dans les débitmètres 1522 et 1519, respectivement. Ensuite, on ouvre progressivement les valves de sortie 1534 et 1531, puis on ouvre

15 les valves auxiliaires 1547-1 et 1547-2. On règle les valves d'entrée 1528 et 1525 de manière que le rapport d'alimentation du gaz $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ au gaz $\text{B}_2\text{H}_6(500)/\text{H}_2$ soit de 70:1. Ensuite, en surveillant attentivement le manomètre de Pirani 1548, on règle l'ouverture des valves auxiliaires

20 1547-1 et 1547-2 et on ouvre ces valves auxiliaires 1547-1 et 1547-2 jusqu'à ce que la pression intérieure de la chambre 1501 devienne égale à 133.10^{-2} Pa. Une fois que la pression intérieure de la chambre 1501 s'est stabilisée, on ferme progressivement la valve principale 1510 afin d'en

25 réduire l'ouverture jusqu'à ce que le manomètre de Pirani 1548 indique 66,5 Pa. Après confirmation de la stabilisation de l'alimentation en gaz et de la pression intérieure, on ferme l'obturateur 1505, puis on met en marche la source 1548 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin

30 d'appliquer de l'énergie à une fréquence de 13,56 MHz entre les électrodes 1503 et 1505, ce qui déclenche une décharge d'effluves dans la chambre 1501 pour établir une puissance d'entrée de 60W. Après que la décharge d'effluves s'est poursuivie pendant 3 heures pour former une couche

35 photoconductrice, on arrête l'élément chauffant 1508 ainsi que la source 1549 d'alimentation en énergie à haute fréquence, on laisse le substrat refroidir à 100°C , puis on ferme les valves de sortie 1531 et 1534 et les valves

d'entrée 1525, 1527 et 1528, la valve principale 1510 étant complètement ouverte, ce qui donne à la pression intérieure de la chambre 1501 une valeur inférieure à 133.10^{-5} Pa.

Ensuite, on ferme la valve principale 1510 et on donne à
5 la pression intérieure de la chambre une valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1506, et on retire le substrat sur lequel chaque couche a été formée. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches est d'environ 9 μm . L'élément de formation d'image
10 ainsi préparé est placé dans un appareil expérimental de charge et d'exposition à la lumière, et une charge d'effluves est effectuée à +6,0 kV pendant 0,2 seconde, suivie immédiatement de la projection d'une image lumineuse. L'image lumineuse est projetée à travers une mire d'essai
15 du type transparent, avec une lampe au tungstène comme source de lumière, à un dosage de 0,8 lux.seconde.

Immédiatement après, un révélateur chargé négativement (contenant un agent de virage et un support) est appliqué en cascade sur la surface de l'élément pour que l'on
20 obtienne une bonne image révélée sur l'élément de formation d'image. Lorsque l'image révélée sur cet élément de formation d'image pour électrophotographie est reproduite sur un papier de copie par charge d'effluves à +5,0 kV, on obtient une image claire, de haute densité, ayant un
25 excellent pouvoir de résolution ainsi qu'une bonne reproductibilité de gradation.

Ensuite, l'élément de formation d'image ci-dessus est soumis à une charge d'effluves au moyen d'un appareil expérimental de charge et d'exposition à la lumière, à
30 -5,5 kV pendant 0,2 seconde, suivie immédiatement d'une exposition de l'image à la lumière, à un dosage de 0,8 lux.seconde, cette opération étant elle-même suivie immédiatement de l'application en cascade sur la surface de l'élément, d'un révélateur chargé positivement. Ensuite, par
35 reproduction sur du papier de copie et fixage, on obtient une image très claire.

Ainsi qu'il ressort des résultats ci-dessus pris en combinaison avec le résultat précédent, l'élément de formation d'image pour électrophotographie obtenu dans cet

exemple présente la caractéristique d'une bipolarité, sans dépendance de la polarité de la charge.

EXEMPLE 42

A la place du substrat de molybdène, on utilise
5 une plaquette de verre du type "Corning 7059" (ayant la
forme d'un carré de 4 cm de côté, 1 mm d'épaisseur, poli
sur ses deux surfaces), dont les surfaces sont nettoyées
et dont l'une des surfaces porte un revêtement ITO de
10 100 nanomètres d'épaisseur, déposé par le procédé de dépo-
sition de vapeur à faisceau électronique. Cette plaquette
est placée sur le support 1503, dans le même appareil que
celui utilisé dans l'exemple 35 (figure 15), la surface
revêtue d'ITO étant tournée vers le bas.

Une couche intermédiaire et une couche photocon-
15 ductrice sont formées sur la surface à revêtement ITO,
par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que
celles décrites dans l'exemple 35, hormis le substrat
modifié comme indiqué ci-dessus. L'élément de formation
d'image ainsi préparé est placé dans un appareil expéri-
20 mental de charge et d'exposition à la lumière, et une
charge d'effluves est effectuée à +6,0 kV pendant 0,2 se-
conde, suivie immédiatement de la projection d'une image
lumineuse. L'image lumineuse est irradiée à travers une
mire d'essai du type transparent, avec une lampe au
25 tungstène comme source de lumière, à un dosage de 1,0 lux.secon-
de.

Immédiatement après, un révélateur chargé négati-
vement (contenant un agent de virage et un support) est
appliqué en cascade sur la surface de l'élément afin que
30 l'on obtienne une bonne image révélée sur l'élément de
formation d'image pour électrophotographie. Lorsque cette
image révélée est reproduite sur du papier de copie par
charge d'effluves à +5,0 kV, on obtient une image claire,
de haute densité, ayant un excellent pouvoir de résolution
35 ainsi qu'une bonne reproductibilité de gradation.

Des images claires et nettes analogues sont égale-
ment obtenues avec une charge d'effluves de polarité nég-
ative et avec un révélateur de polarité positive.

EXEMPLE 43

Après formation d'une couche intermédiaire pendant une minute, puis formation d'une couche photoconductrice pendant 5 heures sur un substrat de molybdène, par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que dans l'exemple 35, on arrête la source 1549 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'interrompre la décharge d'effluves. Dans ces conditions, on ferme les valves de sortie 1531 et 1534 et on ouvre de nouveau les valves de sortie 1529 et 1530, ce qui établit les mêmes conditions que pour la formation de la couche intermédiaire. Ensuite, on met en marche la source d'alimentation en énergie à haute fréquence afin que la décharge d'effluves reprenne. La puissance d'entrée est de 3W, c'est-à-dire identique à celle utilisée pour la formation de la couche intermédiaire. Ainsi, la décharge d'effluves est poursuivie pendant 2 minutes pour former une couche supérieure sur la couche photoconductrice. On arrête ensuite l'élément chauffant 1508 et la source 1549 d'alimentation en énergie à haute fréquence, et on laisse le substrat refroidir. Lorsque la température du substrat atteint 100°C, on ferme les valves de sortie 1529 et 1530 et les valves d'entrée 1523, 1524, 1525 et 1528, la valve principale 1510 étant complètement ouverte, afin d'établir dans la chambre 1501 un vide de 133.10^{-5} Pa ou moins. Puis on ferme la valve principale 1510 afin de ramener la chambre 1501 à l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1506 de manière que le substrat, sur lequel les couches respectives ont été formées, soit prêt à être retiré.

A l'aide de l'élément de formation d'image ainsi préparé, on produit des images révélées d'une manière analogue à celle décrite dans l'exemple 35. On obtient pour résultat des images ayant une excellente résolution, une excellente gradation et une excellente densité, aussi bien dans le cas de la combinaison d'une charge à -6 kV et d'un révélateur chargé positivement, que d'une combinaison d'une charge à +6 kV et d'un révélateur chargé négativement.

EXEMPLE 44

Après que la bouteille 1316 de gaz SiF_4/H_2 (10) a été remplacée par une bouteille contenant du SiF_4 (pureté : 99,999 %) avec une teneur en Ar de 5 % en volume

5 $\text{SiF}_4/\text{Ar}(5)$ désigné ci-après " $\text{SiF}_4/\text{Ar}(5)$ ", on forme une couche intermédiaire sur un substrat de molybdène, d'une manière analogue à celle décrite dans l'exemple 35, puis on réalise un dégazage de la chambre 1501. Ensuite, on ouvre la valve 1540 de la bouteille 1516 de gaz $\text{SiF}_4/\text{Ar}(5)$ afin de régler

10 à 100 kPa la pression de sortie affichée par le manomètre de sortie 1546. On ouvre ensuite progressivement la valve d'entrée 1528 pour laisser le gaz $\text{SiF}_4/\text{Ar}(5)$ pénétrer dans le débitmètre 1522, puis on ouvre progressivement la valve de sortie 1534, puis les valves auxiliaires 1547-1 et

15 1547-2.

On règle la valve de sortie 1534 jusqu'à ce que la pression intérieure de la chambre d'entrée 1501 soit réglée à $133 \cdot 10^{-2}$ Pa, comme indiqué par le manomètre de Pirani 1548. Après que le débit d'écoulement s'est stabi-

20 lisé dans ces conditions, on ferme progressivement la valve principale 1510 afin d'en réduire l'ouverture jusqu'à ce que la pression intérieure de la chambre devienne égale à $66,5 \cdot 10^{-2}$ Pa.

Après confirmation de la fermeture de l'obturateur

25 1505 et de la stabilisation du débitmètre 1522, on met en marche la source 1549 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer un courant alternatif de 13,56 MHz, correspondant à une puissance de 60W, entre l'obturateur 1505 et l'élément 1503 de fixation. On maintient les condi-

30 tions d'équilibre afin qu'une décharge d'effluves stable soit poursuivie dans ces conditions pour former une couche. Après que la décharge d'effluves s'est poursuivie pendant 3 heures, on arrête l'élément chauffant 1508 ainsi que la source 1549 d'alimentation en énergie à haute fréquence,

35 on laisse le substrat refroidir à 100°C , puis on ferme la valve de sortie 1534 et les valves auxiliaires 1547-1 et 1547-2, la valve principale 1510 étant complètement ouverte, ce qui élimine le gaz de la chambre. Ensuite, on ferme la

valve principale 1510 et on donne à la pression intérieure de la chambre une valeur égale à celle de l'atmosphère par ouverture de la valve de fuite 1506, et on retire le substrat sur lequel chacune des couches a été formée.

- 5 L'élément de formation d'image ainsi préparé est utilisé pour former une image sur du papier de copie, par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que celles décrites dans l'exemple 35. L'image ainsi formée par décharge d'effluves négatives est excellente et claire
10 par rapport à celle formée par décharge d'effluves positives. Ces résultats montrent que l'élément de formation d'image préparé dans cet exemple s'avère être dépendant de la polarité de la charge.

EXEMPLE 45

- 15 Une couche intermédiaire est formée pendant une minute sur chacun de dix substrats de molybdène, par des opérations et dans des conditions analogues à celles décrites dans l'exemple 35, et une couche photoconductrice est formée pendant 5 heures sur chacune des couches inter-
20 médiaires indiquées ci-dessus. Ensuite, une couche supérieure telle que montrée dans le tableau XX est formée sur chaque couche photoconductrice indiquée ci-dessus.

- Dans le cas d'un échantillon F16, la bouteille 1514 de gaz $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ est remplacée au préalable par
25 une bouteille de gaz $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$, et le rapport des débits d'écoulement du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ au gaz $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ est de 1:9.

- Dans le cas d'un échantillon F17, la bouteille 1514 de gaz $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ est remplacée au préalable par une
30 bouteille d'azote gazeux à haute pureté (pureté : 99,999 %), et le rapport des débits d'écoulement du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ à l'azote est de 1:10.

- Dans le cas d'un échantillon F18, la bouteille 1514 de gaz $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ est remplacée au préalable par une
35 bouteille de gaz $\text{NH}_3(10)/\text{H}_2$, et le rapport des débits d'écoulement du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ au gaz $\text{NH}_3(10)/\text{H}_2$ est de 1:2.

Dans les cas d'échantillons F16, F17 et F18, une couche supérieure est formée dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que celles décrites dans l'exemple 44, hormis les modifications indiquées ci-dessus.

5 Dans le cas d'un échantillon F19, la bouteille 1514 de gaz $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ est remplacée au préalable par une bouteille de gaz $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$, et le rapport des débits d'écoulement du gaz $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ au gaz $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ est de 1:9.

10 Dans le cas d'un échantillon F20, la bouteille 1514 de gaz $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ est remplacée au préalable par une bouteille d'azote gazeux à haute pureté (pureté : 99,999 %) et le rapport des débits d'écoulement du gaz $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ à l'azote est de 1:50.

15 Dans le cas d'un échantillon F21, la bouteille 1514 de gaz $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ est remplacée au préalable par une bouteille de gaz $\text{NH}_3(10)/\text{H}_2$, et le rapport des débits d'écoulement du gaz $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ au gaz $\text{NH}_3(10)/\text{H}_2$ est de 1:20.

20 Dans le cas des échantillons F19, F20 et F21, chaque couche supérieure est formée dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que celles décrites dans l'exemple 44, hormis les conditions indiquées précédemment.

25 En outre, dans le cas d'un échantillon F22, la bouteille 1514 de gaz $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ est remplacée au préalable par une bouteille de gaz $\text{Si}(\text{CH}_3)_4(10)/\text{H}_2$; après formation d'une couche photoconductrice, la valve 1534 de sortie est fermée et la valve principale 1510 est complètement ouverte afin de donner à la pression intérieure de la chambre une
30 valeur de $666,5 \cdot 10^{-6}$ Pa. Ensuite, du gaz $\text{Si}(\text{CH}_3)_4(10)/\text{H}_2$ est introduit dans la chambre par l'intermédiaire de la valve d'entrée 1526 et de la valve de sortie 1532. Une couche supérieure est formée dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que celles décrites dans l'exemple
35 44, hormis les conditions et les opérations mentionnées précédemment.

Dans le cas d'échantillons F23 et F24, chaque cible est remplacée au préalable par du silicium polycris-

tallin (pureté : 99,999 %) et par du SiN_4 , respectivement. En outre, la bouteille 1514 de gaz $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille de gaz $\text{N}_2(50)/\text{Ar}$.

Dans le cas d'un échantillon F25, la cible est
5 remplacée par une cible dans laquelle du graphite est appliqué sur le silicium polycristallin afin que le rapport des surfaces puisse être de 1:9, et la bouteille 1514 de gaz $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille de gaz Ar.

Dans le cas des échantillons F23, F24 et F25,
10 après formation de chaque couche photoconductrice, la pression intérieure de l'appareil est amenée à $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa. Après fermeture de toutes les valves, on ouvre la valve 1538 de la bouteille 1514 afin que la pression de sortie puisse être de 100 kPa. Ensuite, on ouvre la valve d'entrée
15 1526, la valve de sortie 1532 et les valves auxiliaires 1547-1 et 1547-2 afin d'introduire des gaz dans la chambre. La pression intérieure de la chambre est amenée à $666,5 \cdot 10^{-4}$ Pa (affichée sur le manomètre de Pirani 1548) par réglage des valves auxiliaires 1547-1 et 1547-2. En outre, la pression
20 intérieure est réglée au moyen de la valve principale 1510 à $133 \cdot 10^{-2}$ Pa, puis on ouvre l'obturateur 1505 par manoeuvre de sa tige 1507 de commande. On met en marche la source 1549 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer un courant alternatif d'une fréquence de 13,56 MHz,
25 correspondant à une puissance de 100W, entre la cible 1504 et l'élément 1503 de fixation. Dans ces conditions, la formation d'une couche supérieure est effectuée pendant 2 minutes. On arrête ensuite la source d'alimentation en énergie à haute fréquence et on ferme les valves auxiliaires
30 1547-1 et 1547-2, la valve de sortie 1532 et la valve d'entrée 1526, puis on ouvre complètement la valve principale. Après que la pression intérieure de la chambre a été amenée à $133 \cdot 10^{-5}$ Pa ou moins, on ferme la valve principale, et on donne à la pression intérieure de la chambre une
35 valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1506. On retire ensuite le substrat.

A l'aide des éléments de formation d'image F16 à F25 ainsi préparés, on réalise des images révélées de la

même manière que celle décrite dans l'exemple 35. On obtient alors, comme résultats, des images ayant une excellente résolution, une excellente gradation et une excellente densité, aussi bien avec la combinaison d'une charge

5 d'effluves à -6 kV et d'un révélateur chargé positivement, qu'avec la combinaison d'une charge d'effluves à +6 kV et d'un révélateur chargé négativement.

T A B L E A U XX

N° d'échantillon	Couche supérieure	Conditions de préparation				
		Gaz de départ ou cible	Rapport des débits d'écoulement ou des surfaces	Procédé de préparation	Puissance (W)	Epaisseur de la couche (nm)
F16	A	SiH ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) C ₂ H ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiH ₄ (10)/H ₂ : C ₂ H ₄ (10)/H ₂ ... 1:9	Effluves	3	12
F17	B	SiH ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) N ₂	SiH ₄ (10)/H ₂ :N ₂ ... 1:10	Effluves	3	12
F18	C	SiH ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) NH ₃ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiH ₄ (10)/H ₂ : NH ₃ (10)/H ₂ ... 1:2	Effluves	3	12
F19	D	SiF ₄ (teneur en H ₂ : 10 % vol.) C ₂ H ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiF ₄ /H ₂ (10): C ₂ H ₄ (10)/H ₂ ... 1:9	Effluves	60	12
F20	E	SiF ₄ (teneur en H ₂ : 10 % vol.) NH ₃ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.)	SiF ₄ /H ₂ (10): NH ₃ (10)/H ₂ ... 1:20	Effluves	60	12

T A B L E A U XX (Suite)

F21	F	SiF ₄ (teneur en H ₂ : 10 % vol.) N ₂	SiF ₄ /H ₂ (10):N ₂ ... 1:50	Effluves	60	12
F22	G	Si(CH ₃) ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) ²	-	Effluves	3	12
F23	H	Cible de Si polycris- tallin N ₂ (dilué avec Ar à 50 % vol.)	-	Pulvérisa- tion	100	20
F24	I	Cible de Si ₃ N ₄ N ₂ (dilué avec Ar à 50 % vol.)	-	Pulvérisa- tion	100	20
F25	J	Cible de Si polycris- tallin Cible de graphite Ar	C:Si = 9:1	Pulvérisa- tion	100	20

EXEMPLE 46

A l'aide d'un appareil analogue à celui représenté sur la figure 13, placé dans une chambre propre qui a été complètement blindée, on prépare un élément de formation d'image pour électrographie les opérations suivantes.

Un substrat 1302 de molybdène, ayant la forme d'un carré de 10 cm de côté et d'une épaisseur de 0,5 mm, dont la surface a été nettoyée, est fixé fermement sur un élément 1303 de fixation placé dans une position prédéterminée à l'intérieur d'une chambre 1301 de déposition. Une cible 1305 est formée de SiO_2 à haute pureté. Le substrat 1302 est chauffé par un élément chauffant 1304, disposé à l'intérieur de l'élément 1303 de fixation, avec une précision de $\pm 0,5^\circ\text{C}$. La température est mesurée directement sur la face arrière du substrat par un thermocouple alumel-chromel. Ensuite, après confirmation de la fermeture de toutes les valves de l'appareil, on ouvre complètement la valve principale 1331 et on établit une fois un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa (pendant le vide, toutes les autres valves de l'appareil sont fermées). Ensuite, on élève la tension d'entrée de l'élément chauffant 1304 en faisant varier la tension d'alimentation tout en détectant la température du substrat jusqu'à ce qu'elle se stabilise à la valeur constante de 100°C . Cette opération est suivie de l'ouverture des valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2 et des valves de sortie 1324, 1325, 1326 et 1328 pour éliminer suffisamment les gaz des débitmètres 1337, 1338, 1339 et 1341, puis on ferme les valves de sortie 1324, 1325, 1326 et 1328. On ouvre la valve 1318 de la bouteille 1313 contenant de l'argon gazeux (pureté : 99,999 %) et contenant également de l'oxygène à 20 % en volume (désigné ci-après " $\text{O}_2(20)/\text{Ar}$ ") jusqu'à ce que la valeur affichée par le manomètre 1336 de sortie soit réglée à 100 kPa, puis on ouvre la valve d'entrée 1323, et on ouvre ensuite progressivement la valve de sortie 1328. Par ailleurs, on ouvre la valve 1315 de la bouteille 1310 de SiF_4 contenant du H_2 à 10 % en volume (désigné ci-après " $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ ") jusqu'à ce que la valeur affichée sur

le manomètre de sortie 1333 soit réglée à 100 kPa, puis on ouvre la valve d'entrée 1320, et on ouvre ensuite progressivement la valve de sortie 1325. A ce moment, le rapport des débits d'écoulement de SiF_4/H_2 (10) à O_2 (20)/Ar est
5 réglé à 1:20 à l'aide des valves d'entrée 1320 et 1323.

On ouvre les valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2 jusqu'à ce que le manomètre de Pirani 1342 indique $666,5 \cdot 10^{-4}$ Pa ces conditions étant maintenues jusqu'à ce que les débits d'écoulement soient stabilisés. Ensuite, on ferme progressivement la valve principale 1331 pour en réduire l'ouverture afin de régler à $133 \cdot 10^{-2}$ Pa la pression intérieure de la chambre. L'obturateur 1308 étant ouvert par manoeuvre de sa tige 1306 de commande, on s'assure de la stabilisation des débitmètres 1338 et 1341, puis on met en marche la
10 source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer un courant alternatif d'une fréquence de 13,56 MHz, correspondant à une puissance de 100W, entre la cible 1305 et l'élément 1303 de fixation. Dans ces conditions, on forme une couche tout en maintenant les
20 conditions d'équilibre afin qu'une décharge stable puisse être poursuivie. De cette manière, une décharge se poursuit pendant une minute pour former une couche intermédiaire de 60 nanomètres d'épaisseur. On arrête ensuite la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin
25 d'interrompre la décharge. Puis on ferme les valves de sortie 1325 et 1328 et on ouvre complètement la valve principale 1331 afin de décharger le gaz de la chambre 1301 jusqu'à ce qu'un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa soit établi dans cette chambre. On élève ensuite la tension d'entrée de
30 l'élément chauffant 1304 en faisant varier sa tension d'alimentation, tout en détectant la température du substrat jusqu'à ce qu'elle se stabilise à la valeur constante de 200°C.

Après fermeture des valves auxiliaires 1329-1
35 et 1329-2, on ouvre la valve 1316 de la bouteille 1311 contenant du gaz B_2H_6 dilué avec H_2 à 500 ppm en volume [désigné ci-après " B_2H_6 (500)/ H_2 "] afin de régler à 100 kPa la pression affichée par le manomètre de sortie 1334, puis

on ouvre progressivement la valve d'entrée 1321 afin d'introduire du gaz $B_2H_6(500)/H_2$ dans le débitmètre 1339. On ouvre ensuite progressivement les valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2 et les valves de sortie 1325 et 1326.

5 On règle les valves d'entrée 1320 et 1321 de manière que le rapport des débits d'écoulement du gaz $SiF_4/H_2(10)$ au gaz $B_2H_6(500)/H_2$ soit de 70:1. Ensuite, en surveillant attentivement le manomètre de Pirani 1342, on règle l'ouverture des valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2 et on

10 ouvre ces valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2 jusqu'à ce que la pression intérieure de la chambre 1301 devienne égale à 133.10^{-2} Pa. Une fois que la pression intérieure de la chambre 1301 s'est stabilisée, on ferme progressivement la valve principale 1331 afin d'en réduire l'ouver-

15 ture jusqu'à ce que le manomètre de Pirani 1342 indique 66,5 Pa. Après confirmation de la stabilisation de l'alimentation en gaz et de la pression intérieure, on ferme l'obturateur 1308 (qui sert également d'électrode) en manoeuvrant sa tige 1306 de commande, puis on met en marche

20 la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer de l'énergie à une fréquence de 13,56 MHz entre les électrodes 1303 et 1308, ce qui déclenche une décharge d'effluves dans la chambre 1301 pour établir une puissance d'entrée de 60W. Après que la décharge d'effluves

25 s'est prolongée pendant 3 heures pour former une couche photoconductrice, on arrête l'élément chauffant 1304 ainsi que la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence, on laisse le substrat refroidir à $100^{\circ}C$, puis on ferme les valves de sortie 1325 et 1326 et les valves

30 d'entrée 1320, 1321 et 1323, la valve principale 1331 étant complètement ouverte afin d'établir la pression intérieure de la chambre 1301 à moins de 133.10^{-5} Pa. On ferme ensuite la valve principale 1331 et on donne à la pression intérieure de la chambre une valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330, et

35 on retire le substrat sur lequel chacune des couches a été formée. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches est d'environ 9 μm . L'élément de formation d'image ainsi préparé

est placé dans un appareil expérimental de charge et d'exposition à la lumière, et une charge d'effluves est effectuée à +6,0 kV pendant 0,2 seconde, suivie immédiatement de la projection d'une image lumineuse. L'image lumineuse est
5 projetée à travers une mire d'essai du type transparent, avec une lampe au tungstène comme source de lumière, à un dosage de 0,8 lux.seconde.

Immédiatement après, un révélateur chargé négativement (contenant un agent de virage et un support) est
10 appliqué en cascade sur la surface de l'élément afin que l'on obtienne une bonne image révélée sur l'élément de formation d'image. Lorsque l'image révélée sur cet élément est reproduite sur du papier de copie par charge d'effluves à +5,0 kV, on obtient une image claire, de haute densité,
15 ayant un excellent pouvoir de résolution ainsi qu'une bonne reproductibilité de gradation.

Ensuite, l'élément de formation d'image ci-dessus est soumis à une charge d'effluves au moyen d'un appareil expérimental de charge et d'exposition à la lumière, à
20 -5,5 kV pendant 0,2 seconde, suivie immédiatement d'une exposition de l'image à la lumière, à un dosage de 0,8 lux.seconde, cette opération étant elle-même suivie immédiatement de l'application en cascade sur la surface de l'élément, d'un révélateur chargé positivement. Ensuite, par
25 reproduction sur du papier de copie et fixage, on obtient une image très claire.

Ainsi qu'il ressort des résultats ci-dessus pris en combinaison avec le résultat précédent, l'élément de formation d'image pour électrophotographie obtenu dans le
30 présent exemple présente la caractéristique d'une bipolarité, sans dépendance envers la polarité de la charge.

EXEMPLE 47

Des éléments de formation d'image, représentés
35 par des échantillons F1 à F8, sont préparés dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que dans l'exemple 46, sauf que la durée de la pulvérisation pour former la couche intermédiaire sur le substrat de molybdène est modifiée comme indiqué ci-dessous dans le tableau XXI, et une

image est formée par mise en place de ces éléments dans le même appareil que celui utilisé dans l'exemple 46 pour donner les résultats indiqués dans le tableau XXI.

TABLEAU XXI

5	N° d'échantillon	F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8
	Temps de formation de la couche intermédiaire (s)	10	30	50	150	300	500	1000	1200
	Qualité de l'image :								
10	Polarité de charge +	△	○	⊙	⊙	⊙	○	△	X
	Polarité de charge -	X	△	⊙	⊙	⊙	○	△	X

Appréciations : ⊙ excellent

15 ○ bon

△ utilisable en pratique

X mauvais

20 Vitesse de déposition de la couche intermédiaire : 0,1 nm/s.

Ainsi qu'il ressort des résultats donnés dans le tableau XXI, il est nécessaire de former la couche intermédiaire, constituée de a-SiC, à une épaisseur comprise entre 3 et 100 nanomètres.

EXEMPLE 48

Des éléments de formation d'image pour électrophotographie, représentés par des échantillons N° F9 à F14, sont préparés dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que celles décrites dans l'exemple 46, sauf que la teneur en oxygène du gaz O₂(20)/Ar de la bouteille 1313, qui a été utilisé pour former une couche intermédiaire, est modifiée comme indiqué ci-dessous dans le tableau XXII, et une image est formée par mise en place des éléments dans le même appareil que celui utilisé dans l'exemple 46 pour donner les résultats indiqués dans le tableau XXII. Les couches intermédiaires des seuls échantillons N° F11 à F14 sont analysées par un procédé à microsonde électronique pour donner les résultats indiqués dans le tableau XXIII.

Ainsi qu'il ressort des résultats des tableaux XXII et XXIII, il est nécessaire de former une couche intermédiaire dans laquelle le rapport de Si à O est compris entre 0,33 et 0,47, pour atteindre les objectifs de la présente invention.

TABLEAU XXII

N° d'échantillon	F9	F10	F11	F12	F13	F14
10	Teneur en O ₂ dans une bouteille de gaz O ₂ /Ar					
	0	5	10	15	20	25
	Qualité de l'image copiée :					
	Polarité de charge +	X	X	Δ	○	⊙
15	Polarité de charge -	X	X	Δ	○	⊙

TABLEAU XXIII

	Si _x O _{1-x}					
20	N° d'échantillon	10	11	12	13	14
	x	0,44	0,40	0,37	0,33	0,33

EXEMPLE 49

Après formation d'une couche intermédiaire sur un substrat de molybdène par les mêmes opérations que celles effectuées dans l'exemple 46, on arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence et on ferme la valve 1328 de sortie, puis l'obturateur 1308. On élève la tension d'entrée de l'élément chauffant 1304 en faisant varier sa tension d'alimentation tout en détectant la température du substrat jusqu'à ce qu'elle se stabilise à 200°C.

On ouvre ensuite complètement la valve de sortie 1325 et la valve d'entrée 1320 afin d'établir également le vide dans le débitmètre 1338. Après fermeture de la valve d'entrée 1320 et de la valve de sortie 1325, on ouvre la valve 1315 de la bouteille 1310 contenant du SiF₄/H₂(10) et on règle à 100 kPa la pression affichée par le manomètre de

sortie 1333, puis on ouvre progressivement la valve d'entrée 1320 afin d'introduire le gaz SiF_4/H_2 (10) dans le débitmètre 1338. On ouvre ensuite progressivement la valve de sortie 1325, puis la valve auxiliaire 1329-1. Ensuite, 5 en surveillant attentivement le manomètre de Pirani 1342, on règle l'ouverture de la valve auxiliaire 1329-1 et on ouvre cette valve jusqu'à ce que la pression intérieure de la chambre 1301 devienne égale à 133.10^{-2} Pa. Une fois que la pression intérieure de la chambre 1301 s'est stabilisée, 10 on ferme progressivement la valve principale 1331 pour en réduire l'ouverture jusqu'à ce que le manomètre de Pirani 1342 indique 66,5 Pa. Après confirmation de la stabilisation de l'alimentation en gaz et de la pression intérieure, on ferme l'obturateur 1308 par manoeuvre de sa tige 1306 de 15 commande, puis on met en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer de l'énergie à une fréquence de 13,56 MHz entre les électrodes 1308 et 1303, ce qui déclenche une décharge d'effluves dans la chambre 1301 pour établir une puissance d'entrée de 60W. La 20 décharge d'effluves est prolongée pendant 3 heures pour former une couche photoconductrice, puis on arrête l'élément chauffant 1304 ainsi que la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence. Après refroidissement du substrat à une température de 100°C , on ferme la valve de 25 sortie 1325 et la valve d'entrée 1320, la valve principale 1331 étant complètement ouverte afin d'établir dans la chambre 1301 un vide de $666,5.10^{-7}$ Pa ou moins. On ferme ensuite la valve principale 1331 et on donne à la pression intérieure de la chambre 1301 une valeur égale à celle de 30 l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330, et on retire le substrat sur lequel les différentes couches ont été formées. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches s'avère être d'environ 9 μm . L'élément de formation d'image ainsi préparé est soumis à un essai de formation d'image 35 sur du papier de copie, d'une manière analogue à celle décrite dans l'exemple 46. Le résultat est que l'image formée par décharge d'effluves négatives est de très bonne qualité et très claire par rapport à celle formée par dé-

charge d'effluves positives. Ces résultats montrent que l'élément de formation d'image préparé dans cet exemple dépend de la polarité de la charge.

EXEMPLE 50

5 Après formation d'une couche intermédiaire pendant une minute sur un substrat de molybdène, dans des conditions et par des opérations analogues à celles de l'exemple 46, on établit dans la chambre de déposition un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa, puis on introduit uniquement du
10 gaz $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ dans cette chambre, par les mêmes opérations que celles effectuées dans l'exemple 46. Ensuite, sous la pression du gaz de 100 kPa (affichée sur le manomètre de sortie 1335), appliquée par l'intermédiaire de la valve d'entrée 1322 et provenant de la bouteille 1312
15 contenant du gaz PF_5 dilué avec H_2 à 250 ppm en volume [désigné ci-après " $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ "], on règle la valve d'entrée 1322 et la valve de sortie 1327 afin de déterminer l'ouverture de la valve de sortie 1327 pour que la valeur affichée sur le débitmètre 1340 puisse être égale
20 à 1/60 du débit d'écoulement de $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$, cette opération étant suivie d'une stabilisation.

 Ensuite, l'obturateur 1308 étant fermé à l'aide de la tige 1306 de commande et la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence étant mise en marche,
25 la décharge d'effluves reprend. La tension d'entrée appliquée correspond à une puissance de 60W. Ainsi, la décharge d'effluves est prolongée pendant 4 heures supplémentaires pour former une couche photoconductrice. On diminue la puissance fournie à l'élément chauffant 1304
30 et on arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence et, après refroidissement du substrat à 100°C , on ferme les valves de sortie 1327 et 1325 ainsi que les valves d'entrée 1322 et 1320, la valve principale 1331 étant complètement ouverte afin d'établir dans la
35 chambre 1301 un vide d'environ $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa. On met ensuite la chambre 1301 à l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330, tandis que la valve principale 1331 est fermée. Dans ces conditions, on retire le substrat

sur lequel les couches ont été formées. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches formées est d'environ 11 μm .

L'élément de formation d'image pour électrophotographie ainsi préparé est utilisé pour la formation d'une
5 image sur du papier de copie, par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que celles utilisées dans l'exemple 46. L'image formée par décharge d'effluves négatives est excellente et claire par rapport à celle formée par décharge d'effluves positives. Ces résultats montrent que l'élément
10 de formation d'image préparé dans cet exemple s'avère être dépendant de la polarité de la charge. L'élément est soumis à une charge à +6 kV pendant 0,2 seconde, suivie immédiatement de la projection d'une image lumineuse. L'image lumineuse est projetée à travers une mire d'essai du type
15 transparent, avec une lampe au tungstène comme source de lumière, à un dosage de 1,0 lux.seconde.

Immédiatement après, un révélateur chargé négativement (contenant un agent de virage et un support) est appliqué en cascade sur la surface de l'élément, de sorte
20 que l'on obtienne une bonne image sur la surface de l'élément. Lorsque l'image révélée sur l'élément est reproduite sur du papier de copie par décharge d'effluves à +5,0 kV, on obtient une image claire, de haute densité, ayant un excellent pouvoir de résolution et une bonne reproductibilité de gradation.
25

EXEMPLE 51

Après formation d'une couche intermédiaire pendant une minute sur un substrat de molybdène dans des conditions et par des opérations analogues à celles de
30 l'exemple 46, on établit dans la chambre de déposition un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa, puis on introduit uniquement du gaz SiF_4/H_2 (10) dans cette chambre de déposition, par les mêmes opérations que celles de l'exemple 46. Ensuite, sous une pression gazeuse de 100 kPa (affichée sur le manomètre de
35 sortie 1334), appliquée par l'intermédiaire de la valve 1316 et de la valve d'entrée 1321 et provenant de la bouteille 1311 de B_2H_6 (500)/ H_2 , on règle la valve d'entrée 1321 et la valve de sortie 1326 afin de déterminer l'ouver-

ture de la valve 1326 pour que la valeur affichée sur le débitmètre 1339 puisse être égale à 1/15 du débit d'écoulement de SiF_4/H_2 (10), cette opération étant suivie d'une stabilisation.

- 5 Ensuite, l'obturateur 1308 étant fermé par manoeuvre de sa barre 1306 de commande et la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence étant mise en marche, la décharge d'effluves reprend. La tension d'entrée appliquée correspond à une puissance de 60W. Ainsi, la décharge
- 10 d'effluves est poursuivie pendant 4 heures supplémentaires pour former une couche photoconductrice sur la couche intermédiaire. On diminue la puissance fournie à l'élément chauffant 1304 et on arrête ensuite la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence et, après refroidissement
- 15 sement du substrat à 100°C, on ferme les valves de sortie 1325 et 1326 et les valves d'entrée 1320 et 1321, la valve principale 1331 étant complètement ouverte afin d'établir dans la chambre 1301 un vide d'environ $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa, et la chambre 1301 étant ensuite mise à l'atmosphère par
- 20 l'intermédiaire de la valve de fuite 1330 avec fermeture de la valve principale 1331. Dans ces conditions, on retire le substrat sur lequel les couches ont été formées. Dans ce cas, l'épaisseur totale des couches formées est d'environ 10 μm .
- 25 L'élément de formation d'image ainsi préparé est utilisé pour former une image sur du papier de copie, par les mêmes opérations et dans les mêmes conditions que dans l'exemple 46. L'image formée par décharge d'effluves positives est excellente et claire par rapport à celle formée
- 30 par décharge d'effluves négatives. Ces résultats montrent que l'élément de formation d'image préparé dans cet exemple s'avère présenter une dépendance envers la polarité de la charge, cette dépendance étant cependant opposée à celle des éléments de formation d'image obtenus dans les exemples
- 35 49 et 50.

EXEMPLE 52

On répète l'exemple 49, sauf qu'une bouteille 1309 contenant du gaz SiF_4 (pureté : 99,999 %), avec une teneur en Ar de 5 % en volume (désigné ci-après " $\text{SiF}_4/\text{Ar}(5)$ ") est utilisée à la place de la bouteille 1310 de $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$, afin qu'il se forme une couche intermédiaire et une couche photoconductrice sur un substrat de molybdène. Ensuite, après avoir été retiré de la chambre 1301 de déposition, l'élément de formation d'image ainsi préparé est soumis à l'essai de formation d'image en étant mis en place dans le même appareil expérimental de charge et d'exposition à la lumière que celui utilisé dans l'exemple 49. Le résultat est que, dans le cas d'une combinaison d'une décharge d'effluves à -5,5 kV et d'un révélateur chargé positivement, on obtient une image révélée de très haute qualité avec un contraste très élevé.

EXEMPLE 53

On forme une couche intermédiaire pendant une minute sur chacun de dix substrats de molybdène, par des opérations et dans des conditions analogues à celles décrites dans l'exemple 46, et on forme une couche photoconductrice pendant 5 heures sur chaque couche intermédiaire mentionnée ci-dessus. Ensuite, une couche supérieure telle que montrée dans le tableau IV est formée sur chacune des couches photoconductrices mentionnées précédemment.

Dans le cas d'un échantillon F16, la bouteille 1309 contenant du gaz $\text{SiF}_4/\text{Ar}(5)$ est remplacée au préalable par une bouteille contenant du gaz SiF_4 dilué avec H_2 à 10 % en volume (désigné ci-après " $\text{SiF}_4(10)/\text{H}_2$ "), et on remplace la bouteille 1312 contenant du gaz $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ par une bouteille contenant du gaz $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$. Après formation d'une couche photoconductrice, on arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence, puis on ferme les valves d'entrée 1325 et 1326. On ouvre complètement la valve principale 1331 afin d'établir dans l'appareil un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa. On ouvre ensuite les valves d'entrée 1319 et 1322 et les valves de sortie 1324 et 1327 pour introduire du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ et du gaz $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ dans la

chambre. Le rapport des débits d'écoulement du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ au gaz $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ est réglé à 1:9 au moyen des valves d'entrée 1319 et 1322. Ensuite, on règle à 66,5 Pa la pression intérieure de la chambre à l'aide de la valve auxiliaire 5 1329-1 et de la valve principale 1331. Après confirmation de la stabilisation des débits d'écoulement et de la pression intérieure de la chambre, ainsi que de la fermeture de l'obturateur, on met en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer de 10 l'énergie à une fréquence de 13,56 MHz, correspondant à une puissance de 3W, entre les électrodes 1303 et 1308. Après que la décharge d'effluves s'est prolongée pendant 2 minutes, on arrête la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence ainsi que l'élément chauffant 1304. Après avoir 15 laissé le substrat refroidir à 100°C, on ferme les valves de sortie 1324 et 1327 et on ouvre complètement la valve principale 1331 pour établir dans la chambre un vide de 133.10^{-5} Pa ou moins. Ensuite, on ferme la valve principale 1331, puis on met la chambre à l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330 et on retire le substrat. 20

Dans le cas d'un échantillon F17, la bouteille 1309 contenant du $\text{SiF}_4/\text{Ar}(5)$ est remplacée au préalable par une bouteille contenant du $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ et la bouteille 1312 contenant du $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ est remplacée au préalable 25 par une bouteille contenant du gaz N_2 à haute pureté (pureté : 99,999 %). Le rapport des débits d'écoulement du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ au gaz N_2 est de 1:10.

Dans le cas d'un échantillon F18, la bouteille 1309 contenant du $\text{SiH}_4/\text{Ar}(5)$ est remplacée au préalable 30 par une bouteille contenant du $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ et la bouteille 1312 contenant du $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille contenant du $\text{NH}_3(10)/\text{H}_2$. Le rapport des débits d'écoulement du gaz $\text{SiH}_4(10)/\text{H}_2$ au gaz $\text{NH}_3(10)/\text{H}_2$ est réglé à 1:2.

35 Dans les cas d'échantillons F17 et F18, les opérations pour l'échantillon F16 sont répétées, hormis les points mentionnés précédemment, pour former chaque couche supérieure.

Dans le cas d'un échantillon F19, la bouteille 1312 contenant du $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ est remplacée au préalable par une bouteille contenant du $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ et le rapport des débits d'écoulement du gaz $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ au gaz $\text{C}_2\text{H}_4(10)/\text{H}_2$ est réglé à 1:9.

Dans le cas d'un échantillon F20, la bouteille 1312 contenant du gaz $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille contenant du gaz N_2 à haute pureté (pureté : 99,999 %) et le rapport des débits d'écoulement du gaz $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ au gaz N_2 est réglé à 1:50.

Dans le cas d'un échantillon F21, la bouteille 1312 contenant du $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille contenant du $\text{NH}_3(10)/\text{H}_2$, et le rapport des débits d'écoulement du gaz $\text{SiF}_4/\text{H}_2(10)$ au gaz $\text{NH}_3(10)/\text{H}_2$ est réglé à 1:20.

Dans les cas des échantillons F19, F20 et F21, chaque couche supérieure est formée dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que dans le cas de l'échantillon F16, hormis que le courant alternatif appliqué correspond à une puissance de 60W.

Dans le cas d'un échantillon F22, la bouteille 1312 contenant du $\text{PF}_5(250)/\text{H}_2$ est remplacée par une bouteille contenant du gaz $\text{Si}(\text{CH}_3)_4(10)/\text{H}_2$. Après formation d'une couche photoconductrice, on ferme les valves de sortie 1325 et 1326. On ouvre ensuite complètement la valve principale 1331 pour établir dans la chambre un vide de $66,5 \cdot 10^{-7}$ Pa. Ensuite, on introduit du $\text{Si}(\text{CH}_3)_4(10)/\text{H}_2$ dans la chambre en ouvrant la valve d'entrée 1322 et la valve de sortie 1327. On règle la pression intérieure de la chambre à 66,5 Pa au moyen des valves auxiliaires 1329-1 et 1329-2 et de la valve principale 1331. Après confirmation de la stabilisation du débit d'écoulement et de la pression intérieure de la chambre, on met en marche la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer de l'énergie à une fréquence de 13,56 MHz, correspondant à une puissance de 3W, entre l'électrode 1303 et l'obturateur 1308. Après que la décharge d'effluves s'est poursuivie pendant 2 minutes, on arrête la source

1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence et l'élément chauffant 1304. Après que la température du substrat est descendue à 100°C ou moins, on ferme les valves d'entrée 1320, 1321 et 1322 et la valve de sortie 1327, et on ouvre complètement la valve principale 1331 pour établir dans la chambre un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa. On ferme ensuite la valve principale 1331 et on donne à la pression intérieure de la chambre une valeur égale à celle de l'atmosphère pour permettre l'enlèvement du substrat.

10 Dans le cas d'échantillons F23 et F24, la bouteille contenant du gaz $\text{PF}_5(50)/\text{H}_2$ est remplacée au préalable par une bouteille contenant du gaz $\text{N}_2(50)/\text{Ar}$. En outre, dans le cas de l'échantillon F23, du silicium polycristallin (pureté : 99,999 %) est utilisé comme cible. Dans
15 le cas de l'échantillon F24, du Si_3N_4 à haute pureté est utilisé comme cible. Dans chaque cas, après formation d'une couche photoconductrice, on établit dans l'appareil un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa. Après fermeture de toutes les valves, on ouvre la valve 1317 de la bouteille 1312 contenant du gaz
20 $\text{N}_2(50)/\text{Ar}$ afin d'amener la pression de sortie à 100 kPa (affichée sur le manomètre de sortie 1335). Ensuite, on ouvre la valve d'entrée 1322, la valve de sortie 1327 et la valve auxiliaire 1329-1 afin d'introduire un gaz dans la chambre. On règle la pression intérieure de la chambre à
25 $666,5 \cdot 10^{-4}$ Pa par ajustement de la valve auxiliaire 1329-1 (cette pression étant affichée au manomètre de Pirani 1342). Ensuite, on règle la pression intérieure de la chambre à $133 \cdot 10^{-2}$ Pa. Puis on ouvre l'obturateur 1308 en manoeuvrant sa tige 1306 de commande, et on met en marche la source
30 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence afin d'appliquer un courant alternatif d'une fréquence de 13,56 MHz, correspondant à une puissance de 100W, entre la cible 1305 et l'élément 1303 de fixation. Dans ces conditions, on forme une couche supérieure pendant 2 minutes. Ensuite, on arrête
35 la source 1343 d'alimentation en énergie à haute fréquence et on ferme la valve auxiliaire 1329-1, la valve de sortie 1327 et la valve d'entrée 1322, puis on ouvre complètement la valve principale 1331. Après l'établissement dans la

chambre d'un vide de $666,5 \cdot 10^{-7}$ Pa, on ferme la valve principale 1331 et on donne à la pression intérieure de la chambre une valeur égale à celle de l'atmosphère par l'intermédiaire de la valve de fuite 1330 pour permettre l'en-
5 lèvement du substrat.

Dans le cas d'un échantillon F25, la cible de SiO_2 est remplacée par une cible d'un stratifié dans lequel du graphite est appliqué sur du silicium polycristallin afin que le rapport des surfaces puisse être de 1:9. La
10 bouteille contenant du O_2 (20)/Ar est remplacée par une bouteille contenant de l'argon. Une couche supérieure est formée dans les mêmes conditions et par les mêmes opérations que pour l'échantillon F24, hormis les points indiqués ci-dessus.

15 A l'aide des éléments de formation d'image F16 à F25 ainsi préparés, on forme des images révélées d'une manière analogue à celle décrite dans l'exemple 46. On obtient, comme résultats, des images ayant une excellente résolution, une excellente gradation et une excellente
20 densité, aussi bien dans la combinaison d'une charge d'effluves à -6 kV et d'un révélateur chargé positivement que dans la combinaison d'une charge d'effluves à +6 kV et d'un révélateur chargé négativement.

T A B L E A U XXIV

N° d'échantillon	Couche supérieure	Conditions de préparation				
		Gaz de départ ou cible	Rapport des débits d'écoulement ou des surfaces	Procédé de préparation	Puissance (W)	Epaisseur de la couche (nm)
F16	A	SiH ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) C ₂ H ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) ²	SiH ₄ (10)/H ₂ : C ₂ H ₄ (10)/H ₂ ... 1:9	Effluves	3	12
F17	B	SiH ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) ² N ₂	SiH ₄ (10)/H ₂ :N ₂ ... 1:10	Effluves	3	12
F18	C	SiH ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) NH ₃ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) ²	SiH ₄ (10)/H ₂ : NH ₃ (10)/H ₂ ... 1:2	Effluves	3	12
F19	D	SiF ₄ (teneur en H ₂ : 10 % vol.) C ₂ H ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) ²	SiF ₄ /H ₂ (10): C ₂ H ₄ (10)/H ₂ ... 1:9	Effluves	60	12
F20	E	SiF ₄ (teneur en H ₂ : 10 % vol.) NH ₃ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) ²	SiF ₄ /H ₂ (10): NH ₃ (10)/H ₂ ... 1:20	Effluves	60	12

T A B L E A U XXIV (Suite)

F21	F	SiF ₄ (teneur en H ₂ : 10 % vol.) N ₂	SiF ₄ /H ₂ (10):N ₂ ... 1:50	Effluves	60	12
F22	G	Si(CH ₃) ₄ (dilué avec H ₂ à 10 % vol.) ²	-	Effluves	3	12
F23	H	Cible de Si polycris- tallin N ₂ (dilué avec Ar à 50 % vol.)	-	Pulvérisa- tion	100	20
F24	I	Cible de Si ₃ N ₄ N ₂ (dilué avec Ar à 50 % vol.)	-	Pulvérisa- tion	100	20
F25	J	Cible de Si polycris- tallin Cible de graphite Ar	C:Si = 9:1	Pulvérisa- tion	100	20

REVENDEICATIONS

1. Elément photoconducteur, caractérisé en ce qu'il comporte un support (101), une couche photoconductrice (103) constituée d'une matière amorphe contenant une ma-
5 trice formée d'atomes de silicium et qui contient des atomes d'hydrogène ou des atomes d'halogènes, et une couche intermédiaire (102) disposée entre le support et la couche photoconductrice et ayant pour fonction d'empêcher la pénétration de porteurs provenant du côté du support dans la couche
10 photoconductrice, et de permettre le passage, de la couche photoconductrice vers le support, de photoporteurs engendrés dans la couche photoconductrice par la projection d'ondes électromagnétiques, la couche intermédiaire ayant également pour fonction de permettre un déplacement des photoporteurs
15 vers le côté du support et étant constituée d'une matière amorphe contenant des atomes de silicium et des atomes d'oxygène comme constituants.

2. Elément photoconducteur selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'atome d'halogène est choisi parmi
20 F, Cl et Br.

3. Elément photoconducteur comprenant un support (101), une couche photoconductrice (103) constituée d'une matière amorphe qui contient une matrice formée d'atomes de silicium et contenant des atomes d'hydrogène ou des
25 atomes d'halogènes comme constituant, et une couche intermédiaire (102) disposée entre le support et la couche photoconductrice, l'élément étant caractérisé en ce que la couche intermédiaire est constituée d'une matière amorphe contenant des atomes de silicium et des atomes d'oxygène comme éléments
30 constitutifs.

4. Elément photoconducteur selon l'une des revendications 1 et 3, caractérisé en ce que la couche intermédiaire contient des atomes d'oxygène à raison de 60 à 67 % sur la base des atomes de silicium.

35 5. Elément photoconducteur selon l'une des revendications 1 et 3, caractérisé en ce que la matière amorphe constituant la couche intermédiaire contient en outre des atomes d'hydrogène comme constituant, notamment à raison de 2 à 35 % sur la base des atomes de silicium.

6. Elément photoconducteur selon l'une des revendications 1 et 3, caractérisé en ce que la couche intermédiaire contient des atomes d'oxygène à raison de 39 à 66 % sur la base des atomes de silicium, ainsi que des atomes d'hydrogène à raison de 2 à 35 %, comme constituant.

7. Elément photoconducteur selon l'une des revendications 1 et 3, caractérisé en ce que la matière amorphe constituant la couche intermédiaire contient en outre des atomes d'halogènes comme constituant, notamment à raison de 1 à 20 % sur la base des atomes de silicium.

8. Elément photoconducteur selon l'une des revendications 1 et 3, caractérisé en ce que la matière amorphe constituant la couche intermédiaire contient en outre des atomes d'hydrogène et des atomes d'halogènes comme constituants, le pourcentage atomique des atomes d'halogènes pouvant être notamment compris entre 1 et 20 % et celui des atomes d'hydrogène pouvant s'élever à 19 %.

9. Elément photoconducteur selon l'une des revendications 1 et 3, caractérisé en ce que la couche intermédiaire a une épaisseur de 3 à 100 nanomètres.

10. Elément photoconducteur selon l'une des revendications 1 et 3, caractérisé en ce que la couche intermédiaire n'est pas photoconductrice envers les rayons visibles.

11. Elément photoconducteur selon l'une des revendications 1 et 3, caractérisé en ce que la couche intermédiaire est électriquement isolante.

12. Elément photoconducteur selon l'une des revendications 1 et 3, caractérisé en ce que la couche photoconductrice présente une résistivité d'au moins $5 \cdot 10^9$ ohms.cm.

13. Elément photoconducteur selon l'une des revendications 1 et 3, caractérisé en ce que l'épaisseur de la couche photoconductrice est comprise entre 1 et 100 μm .

14. Elément photoconducteur selon l'une des revendications 1 et 3, caractérisé en ce que la couche photoconductrice contient des atomes d'hydrogène à raison de 1 à 40 %.

15. Elément photoconducteur selon l'une des revendications 1 et 3, caractérisé en ce que la couche photo-

conductrice contient des atomes d'halogènes à raison de 1 à 40 %.

16. Élément photoconducteur selon l'une des revendications 1 et 3, caractérisé en ce que la couche photoconductrice contient des atomes d'hydrogène et des atomes d'halogènes à raison de 1 à 40 % au total.

17. Élément photoconducteur selon l'une des revendications 1 et 3, caractérisé en ce que la couche photoconductrice contient une impureté du type n qui peut notamment être un élément du Groupe V A du Tableau Périodique, cet élément pouvant notamment être choisi entre N, P, As, Sb et Bi, ladite couche photoconductrice contenant une impureté du type n suivant de préférence un rapport atomique compris entre 10^{-8} et 10^{-3} sur la base des atomes de silicium.

18. Élément photoconducteur selon l'une des revendications 1 et 3, caractérisé en ce que la couche photoconductrice contient une impureté du type p qui peut notamment être un élément du Groupe III A du Tableau Périodique, cet élément pouvant être en particulier choisi parmi B, Al, Ga, In et Tl, ladite couche photoconductrice contenant une impureté du type p suivant de préférence un rapport atomique compris entre 10^{-6} et 10^{-3} , sur la base des atomes de silicium.

19. Élément photoconducteur selon l'une des revendications 1 et 3, caractérisé en ce qu'une couche supérieure (204) est appliquée sur la surface supérieure de la couche photoconductrice.

20. Élément photoconducteur selon la revendication 19, caractérisé en ce que la couche supérieure est constituée d'une matière amorphe contenant des atomes de silicium qui forment une matrice.

21. Élément photoconducteur selon la revendication 20, caractérisé en ce que la matière amorphe contient en outre, comme élément constitutif, au moins un élément choisi parmi les atomes de carbone, d'oxygène et d'azote.

22. Élément photoconducteur selon l'une des revendications 20 et 21, caractérisé en ce que la matière amorphe contient en outre des atomes d'hydrogène ou des atomes

d'halogènes comme constituant.

23. Élément photoconducteur selon la revendication 21, caractérisé en ce que la matière amorphe contient des atomes de carbone à raison de 60 à 90 % sur la base des atomes de silicium.

24. Élément photoconducteur selon la revendication 20, caractérisé en ce que la couche supérieure contient des atomes d'oxygène à raison de 39 à 66 % et des atomes d'hydrogène à raison de 2 à 35 %, chacun sur la base des atomes de silicium.

25. Élément photoconducteur selon la revendication 20, caractérisé en ce que la couche supérieure contient des atomes d'oxygène à raison de 48 à 66 %, des atomes d'halogènes à raison de 1 à 20 % et des atomes d'hydrogène jusqu'à 19 %, sur la base des atomes de silicium.

26. Élément photoconducteur selon la revendication 19, caractérisé en ce que la couche supérieure a une épaisseur de 3 à 100 nanomètres.

27. Élément photoconducteur selon la revendication 19, caractérisé en ce que la couche supérieure est constituée de matières isolantes inorganiques.

28. Élément photoconducteur selon la revendication 19, caractérisé en ce que la couche supérieure est constituée de matières isolantes organiques.

29. Élément photoconducteur selon la revendication 19, caractérisé en ce que la couche supérieure n'est pas photoconductrice envers les rayons visibles.

30. Élément photoconducteur selon la revendication 19, caractérisé en ce que la couche supérieure est électriquement isolante.

31. Élément photoconducteur selon l'une quelconque des revendications 1, 3 et 19, caractérisé en ce qu'il comporte en outre une couche de protection de surface ayant une épaisseur comprise entre 0,5 et 70 μm .

32. Élément photoconducteur selon l'une des revendications 1 et 3, caractérisé en ce que la couche intermédiaire contient des atomes d'oxygène à raison de 48 à 66 % sur la base des atomes de silicium, ainsi que des atomes d'halogènes à raison de 1 à 20 % et des atomes d'hydrogène jusqu'à 19 %.

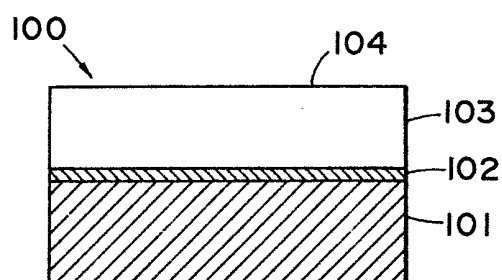


FIG. 1

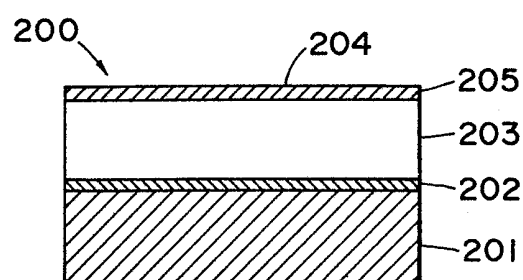


FIG. 2

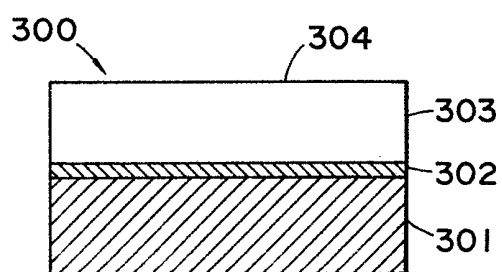


FIG. 3

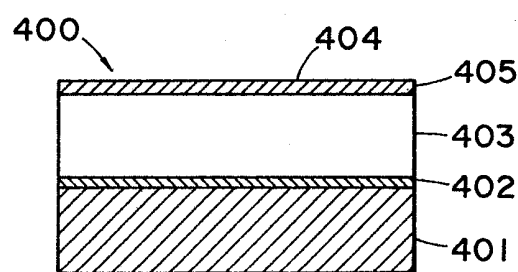


FIG. 4

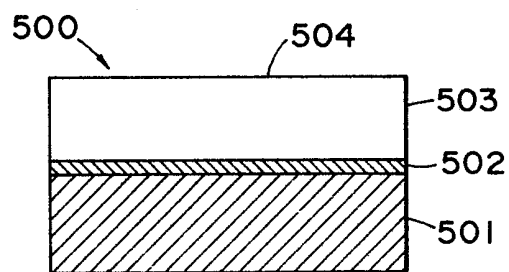


FIG. 5

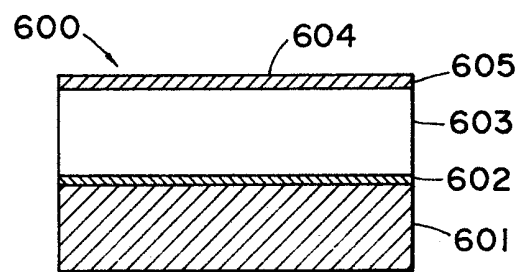


FIG. 6

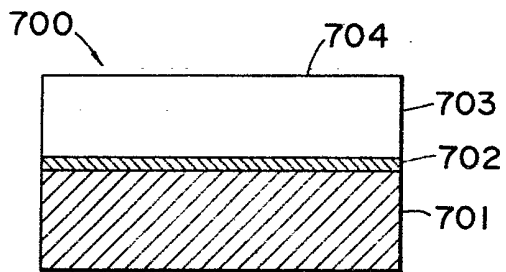


FIG. 7

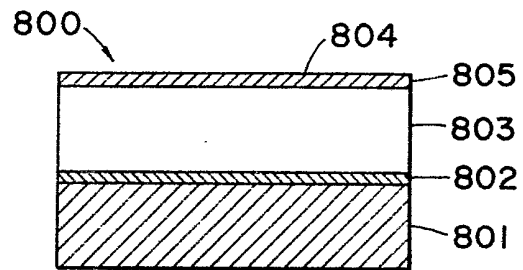


FIG. 8

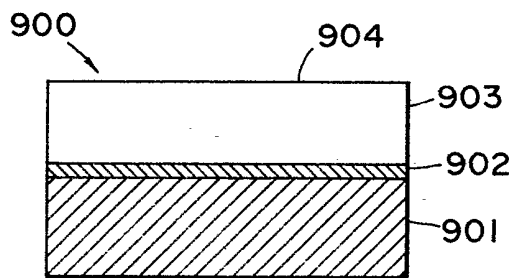


FIG. 9

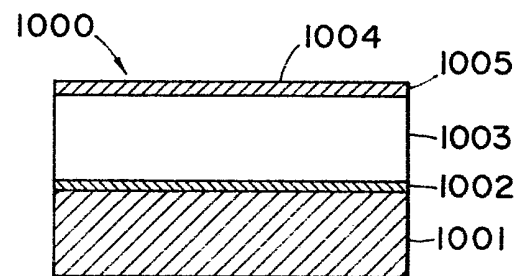


FIG. 10

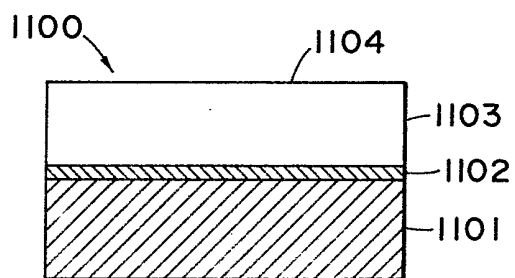


FIG. 11

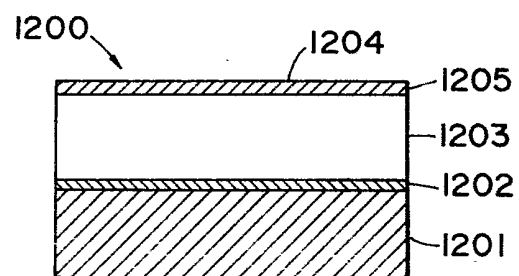
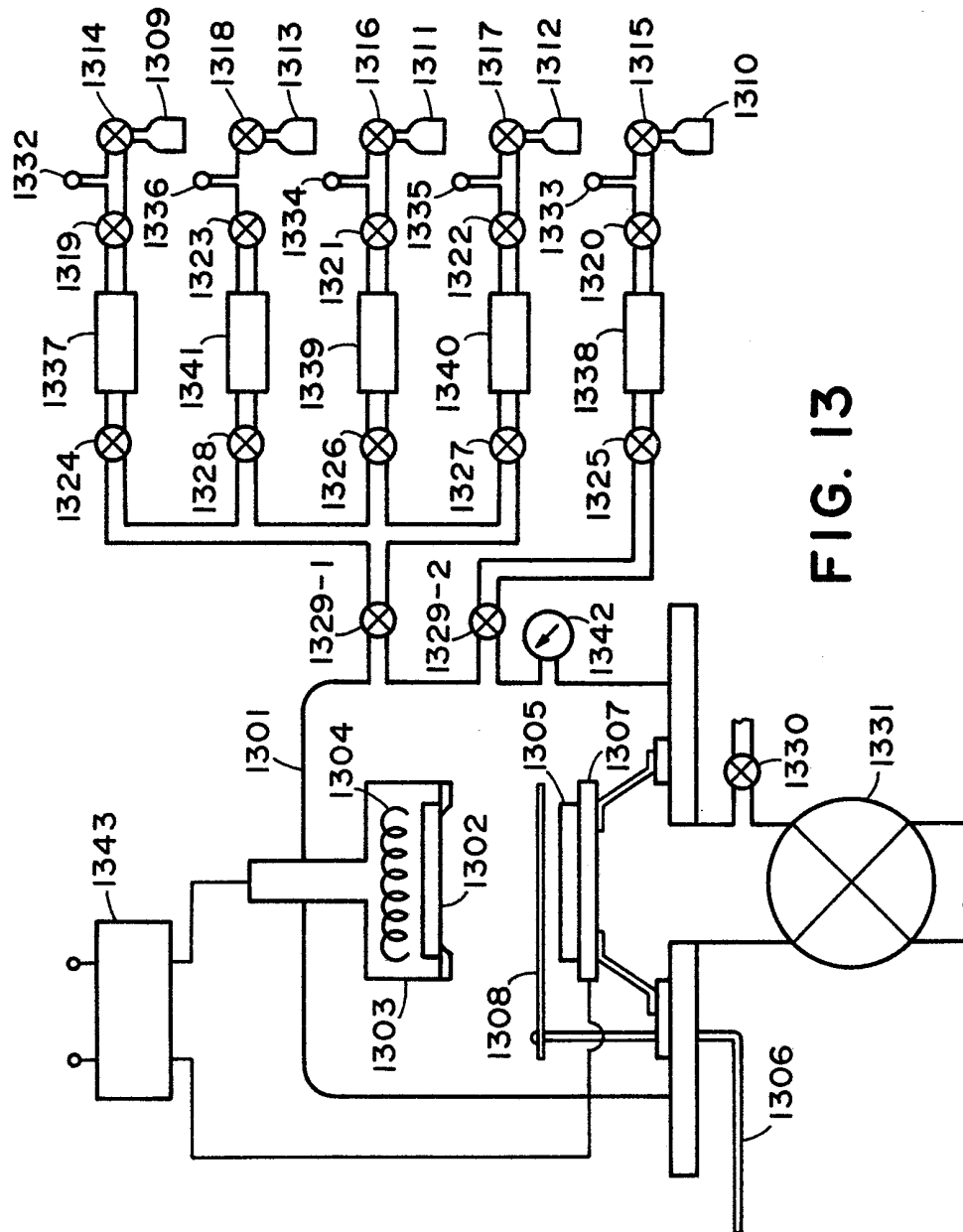


FIG. 12



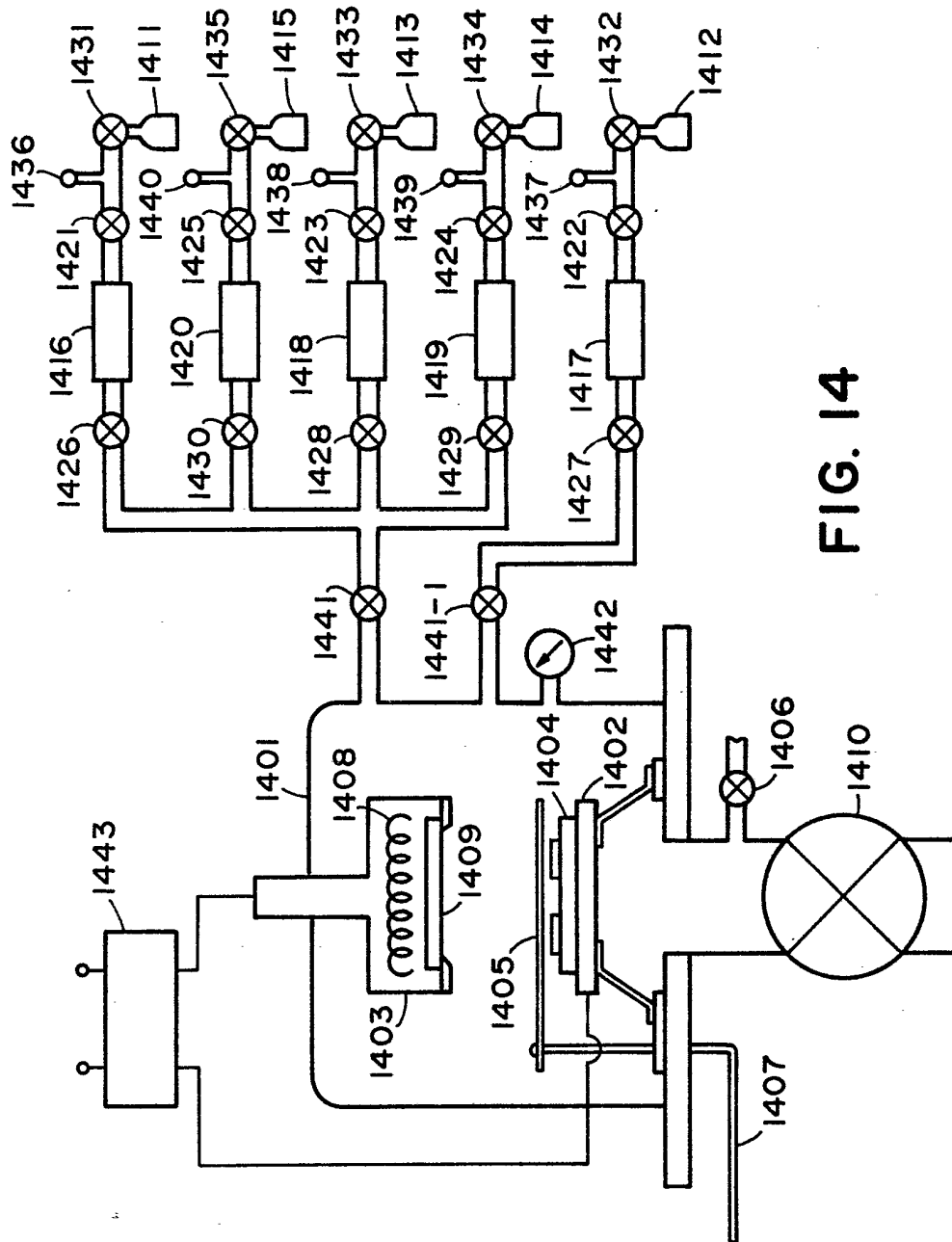


FIG. 14

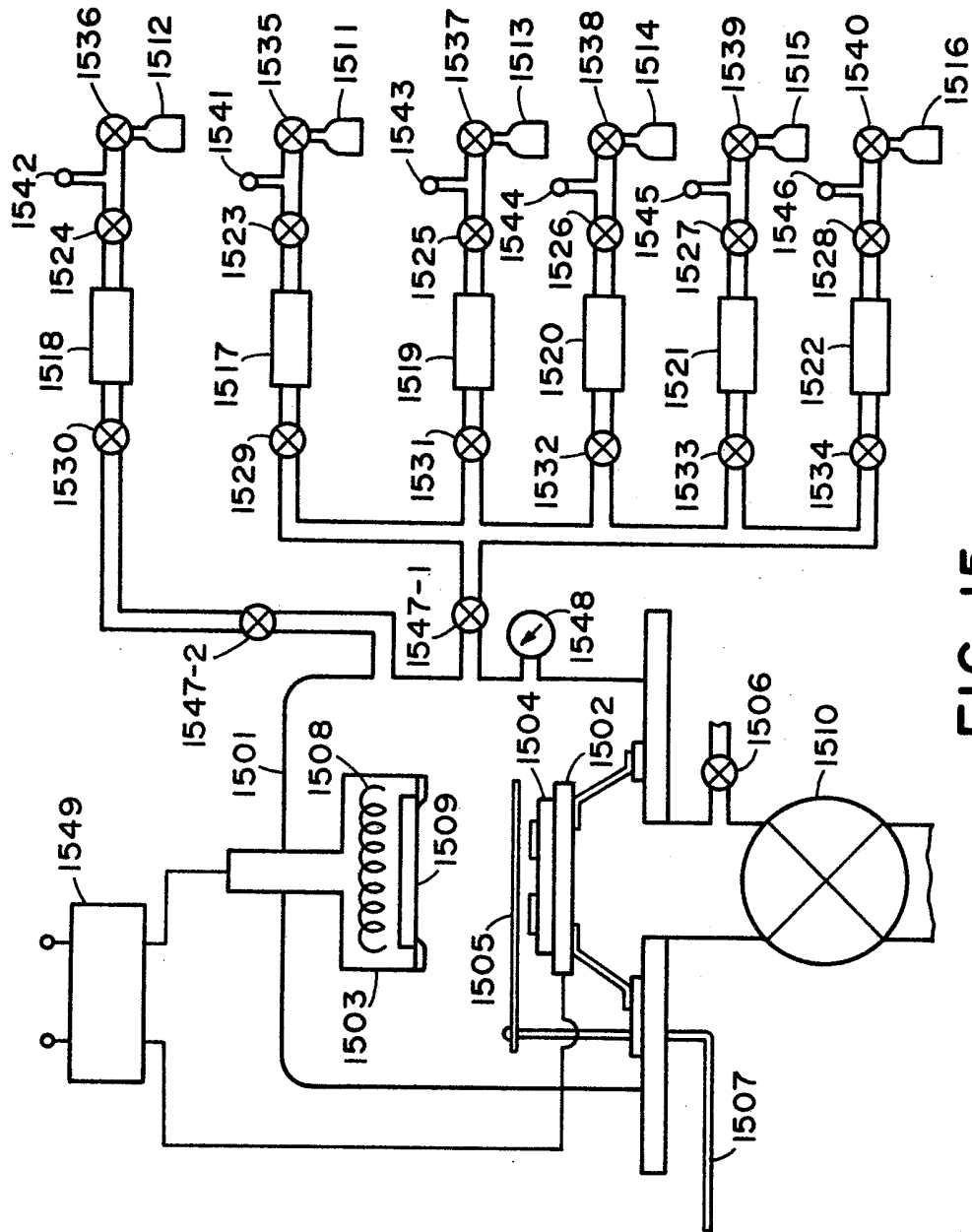


FIG. 15