

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号  
特許第5607499号  
(P5607499)

(45) 発行日 平成26年10月15日(2014.10.15)

(24) 登録日 平成26年9月5日(2014.9.5)

(51) Int.Cl.

F I

G O 3 G 5/08 3 O 3

G O 3 G 5/08 3 O 2

G O 3 G 5/08 3 1 2

G O 3 G 5/08 3 3 3

G O 3 G 5/08 3 3 4

請求項の数 9 (全 43 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2010-248722 (P2010-248722)	(73) 特許権者	000001007
(22) 出願日	平成22年11月5日 (2010.11.5)		キヤノン株式会社
(65) 公開番号	特開2011-128603 (P2011-128603A)		東京都大田区下丸子3丁目30番2号
(43) 公開日	平成23年6月30日 (2011.6.30)	(74) 代理人	100094112
審査請求日	平成25年11月1日 (2013.11.1)		弁理士 岡部 譲
(31) 優先権主張番号	特願2009-262397 (P2009-262397)	(74) 代理人	100096943
(32) 優先日	平成21年11月17日 (2009.11.17)		弁理士 臼井 伸一
(33) 優先権主張国	日本国(JP)	(74) 代理人	100101498
			弁理士 越智 隆夫
		(74) 代理人	100107401
			弁理士 高橋 誠一郎
		(74) 代理人	100106183
			弁理士 吉澤 弘司
		(74) 代理人	100128668
			弁理士 齋藤 正巳

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 電子写真感光体および電子写真装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

基体と、該基体上の水素化アモルファスシリコンで構成された光導電層と、該光導電層上の水素化アモルファスシリコンカーバイドで構成された中間層と、該中間層上の水素化アモルファスシリコンカーバイドで構成された表面層とを有する電子写真感光体において、

該表面層におけるケイ素原子の原子数（ $S_i$ ）と炭素原子の原子数（ $C$ ）との和に対する炭素原子の原子数（ $C$ ）の比（ $C / (S_i + C)$ ）を $C_s$ としたとき、該 $C_s$ が0.61以上0.75以下であり、

該表面層におけるケイ素原子の原子数（ $S_i$ ）と炭素原子の原子数（ $C$ ）と水素原子の原子数（ $H$ ）との和に対する水素原子の原子数（ $H$ ）の比（ $H / (S_i + C + H)$ ）を $H_s$ としたとき、該 $H_s$ が0.20以上0.45以下であり、

該表面層の層厚が0.2  $\mu m$ 以上3.0  $\mu m$ 以下であり、

該中間層におけるケイ素原子の原子数（ $S_i$ ）と炭素原子の原子数（ $C$ ）との和に対する炭素原子の原子数（ $C$ ）の比（ $C / (S_i + C)$ ）を $C_m$ としたとき、該 $C_m$ が0.25以上0.9  $\times C_s$ 以下であり、

該中間層におけるケイ素原子の原子数（ $S_i$ ）と炭素原子の原子数（ $C$ ）と水素原子の原子数（ $H$ ）との和に対する水素原子の原子数（ $H$ ）の比（ $H / (S_i + C + H)$ ）を $H_m$ としたとき、該 $H_m$ が0.20以上0.45以下であり、

該中間層の層厚が0.1  $\mu m$ 以上1.0  $\mu m$ 以下であり、

10

20

該表面層におけるケイ素原子の原子密度と炭素原子の原子密度との和を  $D_S \times 10^{22}$  原子 /  $\text{cm}^3$  としたとき、該  $D_S$  が 6.60 以上であり、

該中間層におけるケイ素原子の原子密度と炭素原子の原子密度との和を  $D_M \times 10^{22}$  原子 /  $\text{cm}^3$  としたとき、該  $D_M$  が 6.60 よりも小さく、

該光導電層におけるケイ素原子の原子密度を  $D_P \times 10^{22}$  原子 /  $\text{cm}^3$  としたとき、該  $D_P$  が 4.20 以上 4.80 以下であり、

該光導電層の層厚方向の水素量分布におけるケイ素原子の原子数 ( $S_i$ ) と水素原子の原子数 ( $H$ ) の和に対する水素原子の原子数 ( $H$ ) の比 ( $H / (S_i + H)$ ) の最大値を  $H_{pmax}$  としたとき、該  $D_S$  と該  $H_{pmax}$  が下記数式 (2) を満たし、

該光導電層の層厚方向の中央位置より該中間層側でのケイ素原子の原子数 ( $S_i$ ) と水素原子の原子数 ( $H$ ) の和に対する水素原子の原子数 ( $H$ ) の比 ( $H / (S_i + H)$ ) を  $H_{p2}$  としたとき、該  $D_S$  と該  $H_{p2}$  が下記数式 (1) を満たすことを特徴とする電子写真感光体。

$$\text{数式 (1)} \quad H_{p2} = 0.07 \times D_S - 0.38$$

$$\text{数式 (2)} \quad H_{pmax} = 0.04 \times D_S + 0.60$$

#### 【請求項 2】

前記  $H_{pmax}$  が 0.31 以下である請求項 1 に記載の電子写真感光体。

#### 【請求項 3】

前記  $D_S$  と前記  $H_{p2}$  が下記数式 (3) を満たす請求項 1 または 2 に記載の電子写真感光体。

$$\text{数式 (3)} \quad H_{p2} = 0.08 \times D_S - 0.41$$

#### 【請求項 4】

前記  $D_S$  が 6.81 以上である請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の電子写真感光体。

#### 【請求項 5】

前記光導電層の層厚方向の中央位置より前記基体側でのケイ素原子の原子数 ( $S_i$ ) と水素原子の原子数 ( $H$ ) の和に対する水素原子の原子数 ( $H$ ) の比を  $H_{p1}$  としたとき、該  $H_{p1}$  よりも前記  $H_{p2}$  の方が小さい請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の電子写真感光体。

#### 【請求項 6】

前記光導電層の層厚が 40  $\mu\text{m}$  以上である請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の電子写真感光体。

#### 【請求項 7】

前記電子写真感光体が、前記基体と前記光導電層の間に水素化アモルファスシリコンで構成された電荷注入阻止層をさらに有し、該電荷注入阻止層が、炭素原子、窒素原子および酸素原子のうち少なくとも 1 種の原子を含有する請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の電子写真感光体。

#### 【請求項 8】

前記電子写真感光体が、前記基体上に水素化アモルファスシリコンナイトライドで構成された密着層をさらに有する請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項に記載の電子写真感光体。

#### 【請求項 9】

請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の電子写真感光体、ならびに、主帯電器、像露光光源および現像器を有する電子写真装置。

#### 【発明の詳細な説明】

#### 【技術分野】

#### 【0001】

本発明は、電子写真感光体および電子写真装置に関する。具体的には、水素化アモルファスシリコンで構成された光導電層と、光導電層の上に水素化アモルファスシリコンカーバイドで構成された中間層および表面層とを有する電子写真感光体に関する。なお、水素化アモルファスシリコンを、以下「a-Si」とも表記し、水素化アモルファスシリコンカーバイドを、以下「a-SiC」とも表記する。また、a-SiCで構成された表面層

10

20

30

40

50

を、以下「a - S i C 表面層」とも表記する。

【背景技術】

【0002】

基体の上にアモルファス材料で構成された光導電層（感光層）を有する電子写真感光体が知られている。特に、基体の上に化学気相成長法（C V D 法）や物理気相成長法（P V D 法）などの成膜技術を用いて形成された光導電層を有するアモルファスシリコン電子写真感光体（以下「a - S i 感光体」とも表記する。）はすでに製品化されている。

a - S i 感光体の層構成は、例えば図5に示すようなものである。図5に示す電子写真感光体5000は、導電性の基体5001の上にa - S i で構成された光導電層（以下「a - S i 光導電層」とも表記する。）5002が形成されており、光導電層5002の上にa - S i C 表面層5005が形成されたものである。

10

a - S i C 表面層5005は、電子写真特性に係る重要な層である。電子写真感光体の表面層に要求される特性としては、耐摩耗性、耐湿性、電荷保持性、光透過性などが挙げられる。a - S i C 表面層は、耐摩耗性に特に優れるとともに、上記その他の特性のバランスも優れていることから、主にプロセススピードの速い電子写真装置で用いられてきた。

【0003】

しかしながら、従来のa - S i C 表面層は、高湿環境下で使用した場合に画像流れ（以下「高湿流れ」とも表記する。）が発生する場合があった。

高湿流れとは、高湿環境下で、電子写真プロセスで画像形成を繰り返し行い、しばらく時間をあけた後、再び画像を出力したときに、文字がぼける、または、文字が印字されずに白抜けが生じるという画像不良のことである。この現象は、電子写真感光体の表面に吸着した水分が原因の1つである。

20

従来、高湿流れの発生を抑えるために、常時、感光体用ヒーターにより電子写真感光体を加熱し、電子写真感光体の表面に吸着した水分を低減または除去することが行われてきた。また、感光体用ヒーターを用いる方法以外の方法で高湿流れを抑制するための電子写真感光体も提案されている。

【0004】

特許文献1には、基体の上に光導電層とa - S i C 表面層が順次形成されたa - S i 感光体において、a - S i C 表面層中のケイ素原子、炭素原子、水素原子またはフッ素原子の原子密度を所定の値よりも小さくする技術が開示されている。特許文献1には、a - S i C 表面層を構成する各原子の原子密度を所定の値よりも小さくすることにより、a - S i C 表面層を比較的粗な膜構造とし、電子写真プロセスのクリーニング工程において削れやすくしている。これにより、常に水分吸着量の少ない新しい表面を得ることで高湿流れの抑制が可能であると特許文献1には記載されている。

30

また、a - S i 感光体において、a - S i 光導電層およびa - S i C 表面層を改善することによる電子写真感光体の特性の向上に関する技術に関しても、提案されている。

【0005】

特許文献2には、基体の上にキャリア注入阻止層、感光層および表面層が順次積層してなる電子写真感光体において、各層におけるアモルファス状態の原子密度を所定の値より小さくし、ダングリングボンドを補償する原子の原子密度を所定の値より大きくする技術が記載されている。特許文献2では最表面側の欠陥密度を大きくすることにより、電荷の移動性を改善し、残留電位増加を防止しながら、耐摩耗性を確保するのに必要な層厚を積層可能であると記載されている。また同時に、光導電層側の表面層の欠陥密度を小さくすることにより電荷保持性を確保できると記載されている。

40

【0006】

特許文献3には、基体の上にa - S i 光導電層とa - S i C 表面層を順次形成したa - S i 感光体において、a - S i C 表面層が2層化された電子写真感光体が提案されている。特許文献3は、この2層化された表面層において、欠陥密度が光導電層側の表面層よりも最表面側の表面層の方が高いa - S i C 表面層とする技術を開示している。このように

50

、最表面側の欠陥密度を大きくすることにより、残留電位の増加を抑制することが可能となるため、耐久性を確保するために必要な層厚の表面層を形成可能であると特許文献3には記載されている。また、その結果、欠陥密度が高い比較的粗な膜構造にすることで、電気的特性に優れた電子写真感光体の作製が可能であると特許文献3には記載されている。

【0007】

特許文献4には、所定の波長以下の像露光光源を使用する場合、光導電層を構成する骨格用のアモルファス状態の原子の原子密度を所定の値より大きくし、ダングリングボンド補償用原子の原子密度を小さくする技術が記載されている。このように、光導電層を構成する骨格用のアモルファス状態の原子の原子密度を所定の値以上にするにより、各原子間の結合間距離が短くなるため所要のバンドギャップが得られる。また、ダングリングボンド補償用原子の原子密度を小さくすることにより、所定の像露光波長以下の高エネルギー光量に対して、バンドギャップを超えた光キャリアの生成と生成キャリアのバンド伝導による高移動度伝導とが可能となる。この結果、帯電能が高くなり、露光電位が低下し、残像の発生が抑制可能な電子写真感光体の作製が可能となると特許文献4には記載されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0008】

【特許文献1】特許第3124841号公報

【特許文献2】特許第3236692号公報

【特許文献3】特公平05-018471号公報

【特許文献4】特許第3152808号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

近年、電子写真プロセスにおいては、高速化、高画質化、長寿命化の要求を満足しながら、環境への配慮の観点から省電力性も満足することが求められている。つまり、電子写真感光体には、さらなる改善が要望されている。

例えば、耐湿性については、高湿流れが発生すると画像品質の低下につながることから、高湿下においても高湿流れが発生せず、高画質が維持可能な電子写真感光体が要求されている。ここで、高湿下での高画質維持のために、上述の感光体用ヒーターを設置した場合、電子写真装置が稼動していないときにも待機電力として相応の電力を必要とするため、省電力性の改善が困難となる。

【0010】

また、特許文献1に開示された技術を用いる場合であっても、電子写真感光体の表面をある程度の摩耗速度で削る必要があるため、特にプロセススピードの速い電子写真装置では、電子写真感光体の耐久性を十分に確保できない場合がある。電子写真感光体の耐久性が十分に確保できない要因としては、上述した表面の摩耗以外に、膜剥がれが挙げられる。a-SiC表面層の層厚を長寿命の要求に対応可能なまでに厚くすると、表面層の内部応力が大きくなる。表面層の内部応力が大きくなると、急激な環境の変化(温度、湿度などの急激な変化)が生じた場合に、光導電層とa-SiC表面層との界面近傍で膜剥がれが生じる場合があった。このような急激な環境の変化が起きる場合の一例としては、電子写真感光体の航空機輸送などが挙げられる。

【0011】

この光導電層とa-SiC表面層との界面近傍で膜剥がれが生じる原因は、a-SiC表面層の内部応力が大きくなると、光導電層とa-SiC表面層との内部応力の差が広がるため、これら2つの間の界面近傍に応力集中が生じるためと思われる。

この光導電層とa-SiC表面層との界面近傍での膜剥がれを抑制するために、光導電層とa-SiC表面層との間に中間層を設けることで、光導電層とa-SiC表面層との界面近傍での応力集中を緩和することが可能である。

しかしながら、内部応力が大きい表面層を用いた場合、上記中間層を設けたとしても、表面層から受ける高い応力に耐えられずに光導電層と中間層との界面近傍で膜剥がれが発生する場合があった。

#### 【0012】

また、中間層を設けることにより光導電層と a - Si C 表面層との界面近傍での膜剥がれを抑制したとしても、急激な環境の変化が生じた場合に、光導電層が破壊されることにより膜剥がれが生じる場合があった。

この光導電層が破壊されることにより膜剥がれが生じる原因は、中間層を設けることにより、光導電層と a - Si C 表面層との界面近傍での膜剥がれの発生が抑制され、これにより、表面層からの応力が光導電層自体に集中するためであると思われる。

10

本発明の目的は、高湿流れに対する耐性と耐摩耗性に優れ、膜剥がれに対する耐性にも優れた電子写真感光体、および、該電子写真感光体を有する電子写真装置を提供することにある。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0013】

本発明は、基体と、該基体上の水素化アモルファスシリコンで構成された光導電層と、該光導電層上の水素化アモルファスシリコンカーバイドで構成された中間層と、該中間層上の水素化アモルファスシリコンカーバイドで構成された表面層とを有する電子写真感光体において、該表面層におけるケイ素原子の原子数 (Si) と炭素原子の原子数 (C) との和に対する炭素原子の原子数 (C) の比 ( $C / (Si + C)$ ) を  $C_s$  としたとき、該  $C_s$  が 0.61 以上 0.75 以下であり、該表面層におけるケイ素原子の原子数 (Si) と炭素原子の原子数 (C) と水素原子の原子数 (H) との和に対する水素原子の原子数 (H) の比 ( $H / (Si + C + H)$ ) を  $H_s$  としたとき、該  $H_s$  が 0.20 以上 0.45 以下であり、該表面層の層厚が 0.2  $\mu m$  以上 3.0  $\mu m$  以下であり、該中間層におけるケイ素原子の原子数 (Si) と炭素原子の原子数 (C) との和に対する炭素原子の原子数 (C) の比 ( $C / (Si + C)$ ) を  $C_m$  としたとき、該  $C_m$  が 0.25 以上  $0.9 \times C_s$  以下であり、該中間層におけるケイ素原子の原子数 (Si) と炭素原子の原子数 (C) と水素原子の原子数 (H) との和に対する水素原子の原子数 (H) の比 ( $H / (Si + C + H)$ ) を  $H_m$  としたとき、該  $H_m$  が 0.20 以上 0.45 以下であり、該中間層の層厚が 0.1  $\mu m$  以上 1.0  $\mu m$  以下であり、該表面層におけるケイ素原子の原子密度と炭素原子の原子密度との和を  $D_s \times 10^{22}$  原子 /  $cm^3$  としたとき、該  $D_s$  が 6.60 以上であり、該中間層におけるケイ素原子の原子密度と炭素原子の原子密度との和を  $D_m \times 10^{22}$  原子 /  $cm^3$  としたとき、該  $D_m$  が 6.60 よりも小さく、該光導電層におけるケイ素原子の原子密度を  $D_p \times 10^{22}$  原子 /  $cm^3$  としたとき、該  $D_p$  が 4.20 以上 4.80 以下であり、該光導電層の層厚方向の水素量分布におけるケイ素原子の原子数 (Si) と水素原子の原子数 (H) の和に対する水素原子の原子数 (H) の比 ( $H / (Si + H)$ ) の最大値を  $H_{pmax}$  としたとき、該  $D_s$  と該  $H_{pmax}$  が下記数式 (2) を満たし、該光導電層の層厚方向の中央位置より該中間層側でのケイ素原子の原子数 (Si) と水素原子の原子数 (H) の和に対する水素原子の原子数 (H) の比 ( $H / (Si + H)$ ) を  $H_{p2}$  としたとき、該  $D_s$  と該  $H_{p2}$  が下記数式 (1) を満たすことを特徴とする電子写真感光体である。

20

30

40

$$\text{数式 (1)} \quad H_{p2} = 0.07 \times D_s - 0.38$$

$$\text{数式 (2)} \quad H_{pmax} = 0.04 \times D_s + 0.60$$

#### 【発明の効果】

#### 【0014】

本発明によれば、高湿流れに対する耐性と耐摩耗性に優れ、膜剥がれに対する耐性にも優れた電子写真感光体、および、該電子写真感光体を有する電子写真装置を提供することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0015】

50

【図 1】本発明の電子写真感光体の層構成の例を示す図である。

【図 2】光導電層における層厚方向のケイ素原子の原子数と水素原子の原子数との和に対する水素原子の原子数の比を説明するための説明図である。

【図 3】本発明の電子写真感光体の作製に用いられるプラズマ CVD 装置の例を示す図である。

【図 4】実施例で用いた電子写真装置の概略断面図である。

【図 5】従来の電子写真感光体の層構成の一例を示す図である。

【図 6】実施例でゴースト評価に用いたテストチャートである。

【図 7】 $H_{P1}$  および  $H_{P2}$  の算出方法を説明するための説明図である。

【発明を実施するための形態】

10

【0016】

本発明の電子写真感光体は、基体と、該基体上の水素化アモルファスシリコンで構成された光導電層と、該光導電層上の水素化アモルファスシリコンカーバイドで構成された中間層と、該中間層上の水素化アモルファスシリコンカーバイドで構成された表面層とを有する。

図 1 は、本発明の電子写真感光体の層構成の例を示す図である。

図 1 (a) に示す層構成の電子写真感光体 1000 は、アルミニウムなどの円筒状で導電性の基体 1001 と、基体 1001 上に順次積層された電荷注入阻止層 1005、光導電層 1004、中間層 1003 および表面層 1002 とを有する。また、図 1 (b) に示す層構成の電子写真感光体 1000 は、基体 1001 と、基体 1001 上に順次積層された密着層 1006、電荷注入阻止層 1005、光導電層 1004、中間層 1003 および表面層 1002 とを有する。

20

以下、ケイ素原子の原子数 (Si) と炭素原子の原子数 (C) との和に対する炭素原子の原子数 (C) の比 ( $C / (Si + C)$ ) を単に「 $C / (Si + C)$ 」とも表記する。また、以下、ケイ素原子の原子数 (Si) と炭素原子の原子数 (C) と水素原子の原子数 (H) との和に対する水素原子の原子数 (H) の比 ( $H / (Si + C + H)$ ) を単に「 $H / (Si + C + H)$ 」とも表記する。また、以下、ケイ素原子の原子数 (Si) と水素原子の原子数 (H) の和に対する水素原子の原子数 (H) の比 ( $H / (Si + H)$ ) を単に「 $H / (Si + H)$ 」とも表記する。また、以下、表面層における  $C / (Si + C)$  を「 $C_s$ 」とも表記し、中間層における  $C / (Si + C)$  を「 $C_m$ 」とも表記する。また、以下、ケイ素原子の原子密度と炭素原子の原子密度の和を「 $Si + C$  原子密度」とも表記し、ケイ素原子の原子密度を「 $Si$  原子密度」とも表記し、炭素原子の原子密度を「 $C$  原子密度」とも表記する。また、以下、表面層における  $H / (Si + C + H)$  を「 $H_s$ 」とも表記し、中間層における  $H / (Si + C + H)$  を「 $H_m$ 」とも表記する。また、以下、光導電層の層厚方向の中央位置より基体側を「第 1 光導電領域」とも表記し、光導電層の層厚方向の中央位置より中間層側を「第 2 光導電領域」とも表記する。また、以下、 $a-SiC$  で構成された中間層を「 $a-SiC$  中間層」とも表記し、 $a-Si$  で構成された光導電層を「 $a-Si$  光導電層」とも表記する。

30

【0017】

本発明の電子写真感光体の表面層は、 $a-SiC$  (水素化アモルファスシリコンカーバイド) で構成された層である。そして、 $a-SiC$  表面層の  $Si + C$  原子密度を  $D_s \times 10^{22}$  原子 /  $cm^3$  としたとき、 $D_s$  は 6.60 以上であることを特徴とする。これにより、電子写真感光体の耐摩耗性が向上し、さらに耐湿性が向上することによって高湿流れに対する耐性も向上する。

40

以下に、 $D_s$  を 6.60 以上とすることの作用について、詳細に説明する。

高湿流れは、上述のように電子写真感光体の表面への水分の吸着が原因の 1 つであるが、電子写真感光体の使用初期の段階では、水分の吸着量は少なく、画像流れは発生しにくい。電子写真感光体のある程度使用した際に、主に電子写真装置内での帯電工程によって、オゾンの影響により、表面層が酸化し、電子写真感光体の表面に酸化層が形成され、蓄積していく。この酸化層は、電子写真感光体の表面に極性基を生成するため、これによ

50

て水分の吸着量が増大すると考えられる。さらに電子写真感光体の使用を続ければ、電子写真感光体の表面には酸化層が蓄積しつづけ、これにより水分の吸着量も増加し、結果として高湿流れを引き起こすほどの水分の吸着量に至ると考えられる。したがって、高湿流れを抑制するためには、この酸化層を除去するか、あるいは、酸化層の形成を抑制する必要がある。

#### 【0018】

本発明では、この酸化層の形成を抑制することで、水分の吸着量を減少させ、高湿流れを抑制している。

本発明の電子写真感光体の a - SiC 表面層の構成によって酸化層の形成を抑制できる理由については、以下のように推察している。

すなわち、a - SiC 表面層の酸化は、a - SiC にオゾンなどの酸化作用を有する物質が作用することにより、ケイ素原子 (Si) と炭素原子 (C) の結合が切れ、炭素原子 (C) が遊離し、代わりに酸素原子 (O) がケイ素原子 (Si) と結合することによって起こると推測される。本発明では、a - SiC の骨格構成原子であるケイ素原子と炭素原子との原子密度を高めることにより、原子間の平均距離を短くし、また、空間率を減少させることで、上記のような炭素原子 (C) の遊離による a - SiC 表面層の酸化を抑制しているものと思われる。

また、このような原子密度を高めた a - SiC は、骨格構成原子間の結合力も高くなるため、a - SiC 表面層の高硬度化にもつながり、電子写真感光体の耐摩耗性も向上すると推察される。

#### 【0019】

本発明では、上述のように電子写真感光体の表面の酸化層の形成を抑制しているため、酸化層を除去するために電子写真感光体の表面を削れやすくする必要がない。そのため、電子写真感光体の耐摩耗性を向上させながら、高湿流れに対する耐性も高めることができる。

上述した理由により、a - SiC 表面層の Si + C 原子密度は高い方がより好ましく、 $D_S$  は 6.81 以上であることが好ましい。

#### 【0020】

さらに、本発明では、電子写真感光体の a - Si 光導電層の層厚方向の水素量分布における  $H / (Si + H)$  の最大値を  $H_{Pmax}$  としたとき、 $D_S$  と  $H_{Pmax}$  が下記数式 (2) を満たすことを特徴とする。また、第 2 光導電領域での  $H / (Si + H)$  を  $H_{P2}$  としたとき、 $D_S$  と  $H_{P2}$  が下記数式 (1) を満たすことを特徴とする。

$$\text{数式 (1)} \quad H_{P2} = 0.07 \times D_S - 0.38$$

$$\text{数式 (2)} \quad H_{Pmax} = 0.04 \times D_S + 0.60$$

$D_S$  と  $H_{P2}$  が上記数式 (1) を満たすことにより、Si + C 原子密度が高い a - SiC 表面層を用いた場合であっても、急激な環境の変化による a - Si 光導電層と a - SiC 中間層との界面近傍における膜剥がれを抑制することができる。さらに、 $D_S$  と  $H_{Pmax}$  が上記数式 (2) を満たすことにより、急激な環境の変化による a - Si 光導電層の破壊による膜剥がれも抑制することができる。

#### 【0021】

なお、 $D_S$  と  $H_{P2}$  が上記数式 (1) を満たし、 $D_S$  と  $H_{Pmax}$  が上記数式 (2) を満たすことによって上記膜剥がれが抑制できることを本発明者らが確認しているのは、a - Si 光導電層、a - SiC 中間層および a - SiC 表面層が以下の条件を満たす場合である。

まず、a - SiC 表面層においては、 $C_S$  が 0.61 以上 0.75 以下であり、 $H_S$  が 0.20 以上 0.45 以下であり、層厚が 0.2  $\mu\text{m}$  以上 3.0  $\mu\text{m}$  以下である範囲である。以下、この範囲を「a - SiC 表面層の成立条件」とも表記する。

また、a - SiC 中間層においては、a - SiC 中間層の Si + C 原子密度を  $D_M \times 10^{22}$  原子 /  $\text{cm}^3$  としたときの  $D_M$  が 6.60 よりも小さく、 $C_M$  が 0.25 以上 0.9  $\times C_S$  以下であり、 $H_M$  が 0.20 以上 0.45 以下であり、層厚が 0.1  $\mu\text{m}$  以上 1

10

20

30

40

50

、 $0\ \mu\text{m}$ 以下である範囲である。以下、この範囲を「 $a\text{-SiC}$ 中間層の成立条件」とも表記する。

また、 $a\text{-Si}$ 光導電層においては、 $\text{Si}$ 原子密度を $D_p \times 10^{22}$ 原子/ $\text{cm}^3$ としたときの $D_p$ が $4.20$ 以上 $4.80$ 以下である範囲である。以下、この範囲を「 $a\text{-Si}$ 光導電層の成立条件」とも表記する。

#### 【0022】

以下に、 $D_s$ と $H_{p2}$ が上記数式(1)を満たすことの作用について、詳細に説明する。

まず、 $a\text{-SiC}$ 表面層の内部応力の傾向について説明する。

上述した $a\text{-SiC}$ 表面層の成立条件においては、 $a\text{-SiC}$ 表面層の $\text{Si} + \text{C}$ 原子密度を高めるほど、内部応力が高くなると推測される。そこで、 $a\text{-SiC}$ 表面層の層厚を一定としたうえで、 $D_s$ を変化させたところ、 $D_s$ が大きくなるほど $a\text{-SiC}$ 表面層の内部応力が大きくなることがわかった。

#### 【0023】

$\text{Si} + \text{C}$ 原子密度が高い $a\text{-SiC}$ 表面層により生じる高い応力は、 $a\text{-SiC}$ 表面層より基体側に存在する各層あるいは各層間の界面の中で、内部応力の差が最も大きい領域に集中する。本発明の電子写真感光体のような層構成を採った場合においては、 $a\text{-SiC}$ 表面層と $a\text{-SiC}$ 中間層の界面近傍、 $a\text{-SiC}$ 中間層と $a\text{-Si}$ 光導電層の界面近傍、 $a\text{-Si}$ 光導電層と $a\text{-Si}$ 光導電層の基体側の層または基体との界面近傍で応力が集中しやすくなる。また、上記界面の中でも、 $a\text{-SiC}$ 同士である $a\text{-SiC}$ 表面層と $a\text{-SiC}$ 中間層の界面よりも、 $a\text{-Si}$ と $a\text{-SiC}$ である $a\text{-Si}$ 光導電層と $a\text{-SiC}$ 中間層との界面の方が、膜構造の違いから内部応力の差が大きくなる。そのため、本発明の電子写真感光体のような層構成では、上述した $a\text{-SiC}$ 中間層の成立条件の範囲においては、 $a\text{-Si}$ 光導電層と $a\text{-SiC}$ 中間層との界面近傍に $a\text{-SiC}$ 表面層からの高い応力が集中すると考えられる。

#### 【0024】

$a\text{-Si}$ 光導電層において、上述した $a\text{-Si}$ 光導電層の成立条件の範囲においては、 $H/(Si + H)$ が大きいほど、 $a\text{-SiC}$ 表面層から受ける高い応力を緩和することができると考えられる。これは、 $a\text{-Si}$ の中に水素原子を多く含有させると、ケイ素原子間の結合の自由度が上がるためであると推察される。

そのため、 $a\text{-SiC}$ 中間層に接している第2光導電領域の $H/(Si + H)$ である $H_{p2}$ を大きくすることによりケイ素原子間の結合の自由度が向上するため、急激な環境の変化が生じた場合であっても、 $a\text{-SiC}$ 表面層から受ける高い応力を緩和することができる。

以上のことから、 $a\text{-SiC}$ 表面層の応力を決める $D_s$ と $a\text{-SiC}$ 表面層から受ける高い応力を緩和する能力を決める $H_{p2}$ とを制御することにより、急激な環境の変化が生じた場合であっても、 $a\text{-Si}$ 光導電層と $a\text{-SiC}$ 中間層との界面近傍での膜剥がれを抑制することができる。

#### 【0025】

本発明者らは、検討を行ったところ、 $a\text{-SiC}$ 表面層の $\text{Si} + \text{C}$ 原子密度を高くするほど $a\text{-SiC}$ 表面層の内部応力が大きくなり、この応力を緩和するためには、内部応力の増加に伴って $H_{p2}$ を大きくすることが効果的であることがわかった。さらに、 $a\text{-Si}$ 光導電層と $a\text{-SiC}$ 中間層との界面近傍での膜剥がれの抑制可能範囲を規定する境界での $D_s$ および $H_{p2}$ の各値の間には正の相関があることがわかった。

#### 【0026】

そして、 $D_s$ と $H_{p2}$ が上記数式(1)を満たすようにすることにより、急激な環境の変化による $a\text{-Si}$ 光導電層と $a\text{-SiC}$ 中間層との界面近傍での膜剥がれを抑制可能であることが実験により確認できた。

また、 $D_s$ と $H_{p2}$ が下記数式(3)を満たすようにすることにより、さらに急激な環境の変化による $a\text{-Si}$ 光導電層と $a\text{-SiC}$ 中間層との界面近傍での膜剥がれを抑制可

10

20

30

40

50



能であることが確認できた。

$$\text{数式(3)} \quad H_{p2} = 0.08 \times D_s - 0.41$$

【0027】

次に、 $D_s$  と  $H_{pmax}$  が上記数式(2)を満たすようにすることの作用について、詳細に説明する。

a-SiC表面層の内部応力の傾向については上述したとおりである。上述したように、 $H_{p2}$  を大きくすることでa-SiC表面層から受ける高い応力を緩和することができるため、a-Si光導電層とa-SiC中間層との界面近傍での膜剥がれを抑制することができる。

しかしながら、a-Si光導電層中の  $H/(Si+H)$  を大きくしすぎると、a-Si自体が疎な膜となってしまう場合がある。そのため、a-Si光導電層の  $H/(Si+H)$  が大きい領域が、急激な環境の変化によりa-SiC表面層から受ける高い応力に耐えきれずに破壊され、a-Si光導電層の途中から膜剥がれが生じる場合がある。

【0028】

以上から、a-Si光導電層とa-SiC中間層との界面近傍での膜剥がれを抑制した場合に、さらに、a-SiC表面層の応力を決める  $D_s$  とa-Si光導電層の緻密性を決める  $H_{pmax}$  を制御することで、急激な環境の変化によるa-Si光導電層の破壊による膜剥がれを抑制することができる。本発明者らは、鋭意検討を行ったところ、a-SiC表面層を高密度にするほどa-SiC表面層の内部応力が大きくなり、また、この応力に耐え、上記膜剥がれを生じさせないためには、内部応力の増加に伴って  $H_{pmax}$  を小さくすることが効果的であることがわかった。さらに、膜剥がれの抑制可能範囲を規定する境界での  $D_s$  と  $H_{pmax}$  の各値の間には負の相関があることがわかった。

【0029】

そして、 $D_s$  と  $H_{pmax}$  が上記数式(2)を満たすようにすることにより、a-Si光導電層が破壊されることによる膜剥がれを抑制可能であることが実験により確認できた。

また、 $H_{pmax}$  を0.31以下とすることにより、さらに急激な環境の変化によってa-Si光導電層が破壊されることによる膜剥がれの抑制に大きな効果が得られることが確認できた。

以上のように、本発明においては、 $D_s$  を6.60以上とし、かつ、上記数式(1)および上記数式(2)を満たすようにすることが重要であり、これにより、高密度なa-SiC表面層を用いた場合であっても膜剥がれを抑制でき、耐湿性および耐久性に優れた電子写真感光体を提供できる。

以下、各層および基体の構成について、詳細に説明する。

【0030】

(a-Si光導電層)

本発明においては、 $D_p$  が4.20以上4.80以下の範囲を満たし、 $D_s$  と  $H_{p2}$  が上記数式(1)を満たし、 $D_s$  と  $H_{pmax}$  が上記数式(2)を満たす。

以下、 $H_{p1}$  および  $H_{p2}$  について図2を用いて説明する。なお、 $H_{p1}$  は第1光導電領域での  $H/(Si+H)$  であり、 $H_{p2}$  は第2光導電領域での  $H/(Si+H)$  であり、 $H_{pmax}$  はa-Si光導電層の  $H/(Si+H)$  の層厚方向分布における最大値である。より具体的には、 $H_{p1}$  は第1光導電領域での  $H/(Si+H)$  の平均値であり、 $H_{p2}$  は第2光導電領域での  $H/(Si+H)$  の平均値である。

$H_{p1}$  および  $H_{p2}$  の算出方法について、図7を用いて説明する。図7は、a-Si光導電層における  $H/(Si+H)$  の層厚方向分布を示したものである。図7に示すaは最もa-SiC中間層側でのa-Si光導電層の  $H/(Si+H)$  であり、bはa-Si光導電層の層厚における中央値での  $H/(Si+H)$  であり、cは最も基体側でのa-Si光導電層の  $H/(Si+H)$  である。

【0031】

まず、 $H_{p1}$  の算出方法を説明する。第1光導電領域における層厚方向の  $H/(Si+H)$

10

20

30

40

50

H)の任意の点をqとする。そして、横軸に平行なqを通る直線を引き、この直線と光導電層の層厚中央位置との交点をg、a-Si光導電層の最も基体側となる位置との交点をhとする(g、hおよびqの $H/(Si+H)$ は同じ)。これにより得られた線分ch、線分hqおよび線分qcで囲まれた領域の面積と線分bg、線分gqおよび線分qbで囲まれた領域の面積とが同じとなるqを求め、そのときのqの $H/(Si+H)$ が $H_{p1}$ となる。

$H_{p2}$ に関しても同様の算出を行う。すなわち、第2光導電領域における層厚方向の $H/(Si+H)$ の任意の点をpとし、横軸に平行なpを通る直線を引き、この直線と光導電層の層厚中央位置およびa-Si光導電層の最もa-SiC中間層側となる位置との交点をそれぞれfおよびeとする(e、fおよびpの $H/(Si+H)$ は同じ)。これにより得られた線分ae、線分epおよび線分paで囲まれた領域の面積と線分bf、線分fpおよび線分pbで囲まれた領域の面積とが同じとなるpを求め、そのときのpの $H/(Si+H)$ が $H_{p2}$ となる。

【0032】

図2も、図7と同様にa-Si光導電層における $H/(Si+H)$ の層厚方向分布を示したものである。

図2(a)のように、a-Si光導電層における $H/(Si+H)$ の層厚方向分布が一定の場合、 $H_{p1}$ 、 $H_{p2}$ および $H_{pmax}$ は同じ値となる。図2(b)のように、 $H/(Si+H)$ の層厚方向分布が基体側からa-SiC中間層側に向かって直線的に減少している場合、 $H_{p1}$ および $H_{p2}$ は、それぞれ第1光導電領域および第2光導電領域での $H/(Si+H)$ の平均値となり、 $H_{pmax}$ はa-Si光導電層の最も基体側の $H/(Si+H)$ の値となる。図2(c)のように、a-Si光導電層における $H/(Si+H)$ の層厚方向分布が図2(b)と反対の場合、 $H_{p1}$ と $H_{p2}$ の算出方法は図2(b)と同様であり、 $H_{pmax}$ はa-Si光導電層の最もa-SiC中間層側の $H/(Si+H)$ の値となる。図2(d)~(f)に関しても、 $H_{p1}$ と $H_{p2}$ の算出方法は図2(b)と同様である。ただし、 $H_{pmax}$ は、図2(d)ではa-Si光導電層の基体側に存在する $H/(Si+H)$ が一定となっている領域の $H/(Si+H)$ の値となり、図2(e)では $H_{p1}$ と同じ値となり、図2(f)では、a-Si光導電層の最も基体側の $H/(Si+H)$ の値となる。

【0033】

なお、 $H_{p2}$ は第2光導電領域における $H/(Si+H)$ の平均値である。a-Si光導電層とa-SiC中間層との界面近傍における膜剥がれの抑制に対して重要なパラメータが $H/(Si+H)$ の最大値や最小値ではなく、平均値であるのは、以下のような理由によるものと推察される。

まず、a-Si光導電層とa-SiC中間層との界面近傍で生じる膜剥がれは、この界面近傍にa-SiC表面層からの高い応力が集中することにより発生する。この膜剥がれが発生する理由は、a-Si光導電層とa-SiC表面層との間にa-SiC中間層を設けたとしても、a-SiC中間層全体でa-SiC表面層から受ける高い応力を吸収することが不十分であるためであると考えられる。そのため、さらに上記膜剥がれを抑制するためには、a-SiC中間層で吸収しきれなかったa-SiC表面層から受ける応力をa-SiC中間層と接しているa-Si光導電層のa-SiC中間層側の領域で吸収し、a-SiC表面層から受ける応力を緩和させることが必要となる。このことから、上記膜剥がれを抑制するためには、a-SiC表面層から受ける応力の緩和に寄与するa-Si光導電層のa-SiC中間層側での $H/(Si+H)$ 、すなわち、第2光導電領域における $H/(Si+H)$ の平均値を制御することが必要となる。

【0034】

よって、上述したa-Si光導電層の成立条件、a-SiC中間層の成立条件およびa-SiC表面層の成立条件において、a-SiC表面層から受ける応力の緩和に寄与する $H_{p2}$ とa-SiC表面層の内部応力を決める $D_s$ とを制御することで、急激な環境の変化が生じてa-SiC中間層とa-Si光導電層との界面近傍での膜剥がれの抑制が可

10

20

30

40

50

能となる。上述したように、 $a-Si$  光導電層の  $a-SiC$  中間層側で  $a-SiC$  表面層から受ける応力を吸収させることから、第2光導電領域の一部の領域で  $H/(Si+H)$  が上記数式(1)および上記数式(2)から外れていても、第2光導電領域の  $H/(Si+H)$  の平均値  $H_{p2}$  が上記数式(1)および上記数式(2)を満たせば、 $a-Si$  光導電層と  $a-SiC$  中間層との界面近傍での膜剥がれを抑制することができる。

そのため、図2(f)に示すように第2光導電領域の一部が所定の  $H/(Si+H)$  より小さくても、第2光導電領域全体での  $H/(Si+H)$  の平均値が所定の値を満たせば、 $a-SiC$  表面層から受ける高い応力を緩和し、 $a-Si$  光導電層と  $a-SiC$  中間層との界面近傍での膜剥がれを抑制することができる。

【0035】

また、 $H_{pmax}$  は  $a-Si$  光導電層全体における  $H/(Si+H)$  の最大値である。 $a-Si$  光導電層の破壊による膜剥がれの抑制に対して重要なパラメーターが  $H/(Si+H)$  の最大値であるのは、以下のような理由によるものと推察される。

上述したように、 $H_{p2}$  を大きくしてケイ素原子間の結合の自由度を上げることで、 $a-SiC$  表面層からの高い応力を第2光導電領域と  $a-SiC$  中間層とにより緩和するため、 $a-Si$  光導電層と  $a-SiC$  中間層との界面近傍での膜剥がれが抑制される。

【0036】

しかしながら、 $a-Si$  光導電層中の  $H/(Si+H)$  を大きくしすぎると、 $a-Si$  の緻密性が低下してしまう場合がある。このような緻密性の低い  $a-Si$  に  $a-SiC$  表面層からの応力がかかると、応力に耐え切れずに  $a-Si$  自体が破壊されてしまう場合がある。そのため、 $a-Si$  光導電層と  $a-SiC$  中間層との界面近傍での膜剥がれが発生していない電子写真感光体において、 $a-Si$  光導電層の中に緻密性の低い領域が存在すると、 $a-SiC$  表面層から応力を受けた際に、その領域の  $a-Si$  が破壊され、膜剥がれが生じると考えられる。このことから、 $a-Si$  光導電層が破壊されることにより生じる膜剥がれを抑制するためには、 $a-Si$  光導電層全体において、所定の緻密性を有する  $a-Si$  であることが必要である。よって、 $a-Si$  光導電層の緻密性を決める  $H/(Si+H)$  において、 $a-Si$  光導電層の層厚方向における  $H/(Si+H)$  の最大値  $H_{pmax}$  を制御することが必要となる。

以上のことから、 $H_{p2}$  は第2光導電領域における  $H/(Si+H)$  の平均値であり、 $H_{pmax}$  は  $a-Si$  光導電層の  $H/(Si+H)$  の層厚方向分布における最大値であり、この  $H_{p2}$  および  $H_{pmax}$  がそれぞれ膜剥がれに対して大きな影響を与える物性値となる。

【0037】

本発明において、図2(b)、(d)、(e)、(f)に示すように、良好な電子写真感光体特性を得るうえで、 $H_{p1}$  よりも  $H_{p2}$  の方が小さいことが好ましい。

$a-Si$  においては、 $H/(Si+H)$  を小さくすると、 $a-Si$  中の欠陥を低減することができる。像露光によって生成された光キャリアが  $a-Si$  光導電層中の欠陥に補足されにくくなる。そのため、像露光により光キャリアが生成される第2光導電領域において  $H/(Si+H)$  を小さくする、すなわち  $H_{p2}$  を小さくすることにより、像露光で生成されたキャリアが欠陥に補足されにくくなり、像露光ゴーストを低減することができる。

逆に、 $H/(Si+H)$  を大きくすると、光学的バンドギャップが広がるため、帯電特性が向上する。そのため、像露光による光キャリア生成に寄与しない第1光導電領域の  $H/(Si+H)$ 、すなわち  $H_{p1}$  を  $H_{p2}$  よりも大きくすることで帯電特性が向上し、高速な電子写真プロセスにおいても良好な帯電特性を維持することができる。

【0038】

本発明において、 $H_{p1}$  は第1光導電領域における  $H/(Si+H)$  の平均値であり、この  $H_{p1}$  が帯電特性に影響を与える物性値である。以下に、この理由を示す。

上述したように  $a-Si$  光導電層の帯電特性の変化は、 $H/(Si+H)$  の変化による光学バンドギャップの変化により決まる。そのため、第1光導電領域としての帯電特性は、第1光導電領域全体の  $H_p$  の平均値により決まることから、第1光導電領域における  $H$

10

20

30

40

50

$/ (Si + H)$  の平均値  $H_{p1}$  を制御することが必要となる。

本発明において、 $a-Si$  光導電層には必要に応じて伝導性を制御するための原子を含有させてもよい。そのとき、伝導性を制御するための原子は、 $a-Si$  光導電層の中にまんべんなく均一に分布した状態で含有されていてもよいし、また、層厚方向には不均一な分布状態で含有している部分があってもよい。

#### 【0039】

この伝導性を制御するための原子の含有量がケイ素原子に対して 0 原子  $ppm$  (実質的に伝導性を制御するための原子を用いずに  $a-Si$  光導電層を形成した場合) 以上  $1 \times 10^4$  原子  $ppm$  以下であれば、本発明における上記数式 (1) および上記数式 (2) の関係に影響を及ぼさないことが、実験により確認できた。

10

伝導性を制御するための原子としては、半導体分野における、いわゆる不純物を挙げることができる。すなわち、 $p$  型伝導性を与える周期表第 13 族に属する原子 (以下、単に「第 13 族原子」とも表記する) または  $n$  型伝導性を与える周期表第 15 族に属する原子 (以下、単に「第 15 族原子」とも表記する) を用いることができる。

第 13 族原子としては、具体的には、ホウ素 (B)、アルミニウム (Al)、ガリウム (Ga)、インジウム (In)、タリウム (Tl) があり、これらの中でも、B、Al、Ga が好適である。第 15 族原子としては、具体的には、リン (P)、ヒ素 (As)、アンチモン (Sb)、ビスマス (Bi) があり、これらの中でも、P、As が好適である。

#### 【0040】

本発明において、 $a-Si$  光導電層の層厚は、電子写真感光体特性の点から  $10 \mu m$  以上にすることが好ましい。さらに、 $40 \mu m$  以上とすることで静電容量が低減し、高速な電子写真プロセスにおいても良好な帯電特性を有する電子写真感光体を作製することができる。

20

本発明において、ケイ素原子供給用の原料ガスとしては、シラン ( $SiH_4$ )、ジシラン ( $Si_2H_6$ ) などのシラン類が好適に使用できる。また、水素 ( $H_2$ ) を、上記のガスとともに使用してもよい。

#### 【0041】

$a-Si$  光導電層は、例えば、プラズマ CVD 法、真空蒸着法、スパッタリング法、イオンプレーティング法などの方法によって形成することができるが、これらの中でも、原料供給の容易さなどから、プラズマ CVD 法が好ましい。

30

$a-Si$  光導電層の  $D_p$  を大きくするには、反応容器に供給する  $Si$  供給原料ガスが少なくなる方向に、高周波電力が高くなる方向に、反応容器の中の圧力が低くなる方向に、基体温度が高くなる方向に、 $a-Si$  光導電層の形成条件を設定すればよい。また、 $a-Si$  光導電層の  $H / (Si + H)$  を大きくするには、反応容器に供給する  $Si$  供給原料ガスが多くなる方向に、反応容器の中の圧力が低くなる方向に、高周波電力が低くなる方向に、基体温度が低くなる方向に、 $a-Si$  光導電層の形成条件を設定すればよい。

$a-Si$  光導電層を形成する際には、これらの条件を適宜組み合わせ設定すればよい。

#### 【0042】

( $a-SiC$  中間層)

40

本発明における  $a-SiC$  中間層は、以下に示す境界により定められた領域とする。

まず、 $a-Si$  光導電層と  $a-SiC$  中間層の境界は、 $C / (Si + C)$  の層厚方向の分布において、 $a-Si$  光導電層から  $a-SiC$  表面層側の領域で実質的に炭素原子が検出された位置とする。

また、 $a-SiC$  表面層と  $a-SiC$  中間層の境界は、以下のように決定する。電子写真感光体の最表面側から基体方向に向かう  $Si + C$  原子密度の層厚方向の分布において、 $Si + C$  原子密度が  $6.60 \times 10^{22}$  原子 /  $cm^3$  よりも小さくなる位置の中で最も電子写真感光体の最表面側にある位置とする。

本発明における  $a-SiC$  中間層は、 $a-Si$  光導電層と  $a-SiC$  表面層との間に形成されたすべての層である。そのため、 $a-SiC$  中間層が複数の層により構成されてい

50

てもよい。

【0043】

本発明において、 $a-SiC$ 中間層は、上記数式(1)および上記数式(2)を満たし、 $C_M$ が $0.25$ 以上 $0.9 \times C_S$ 以下であり、 $H_M$ が $0.20$ 以上 $0.45$ 以下であり、 $D_M$ が $6.60$ よりも小さい。なお、 $H_M$ は $a-SiC$ 中間層の $H/(Si+H)$ であり、 $C_M$ は $a-SiC$ 中間層の $C/(Si+C)$ である。より具体的には、 $H_M$ は $a-SiC$ 中間層の $H/(Si+H)$ の層厚方向分布の平均値であり、 $C_M$ は $a-SiC$ 中間層の $C/(Si+C)$ の層厚方向分布の平均値である。

本発明の効果をj得るにあたって重要なパラメーターが $H/(Si+H)$ の最大値や最小値ではなく、 $H/(Si+H)$ の平均値であるのは、上述した $H_{P1}$ 、 $H_{P2}$ と同様に、 $a-SiC$ 中間層全体で $a-SiC$ 表面層から受ける応力を吸収することが重要であるためである。

10

また、本発明の効果をj得るにあたって重要なパラメーターが $C/(Si+C)$ の最大値や最小値ではなく、 $C/(Si+C)$ の平均値であるのも、上述した $H_M$ と同様に、 $a-SiC$ 表面層から受ける応力に対する $a-SiC$ 中間層全体での緩和能力が重要なためである。

【0044】

また、 $a-SiC$ 中間層の $Si+C$ 原子密度を $5.50$ 以上とすることにより、圧傷を抑制することができる。

$a-SiC$ 中間層は、高密度な $a-SiC$ 表面層との組み合わせにおいて、 $a-SiC$ 表面層の密着性を向上させ、膜剥がれを抑制するとともに、 $a-Si$ 光導電層を機械的なストレスから保護して圧傷を防止する機能を有する。

20

圧傷の原因は、電子写真感光体の表面が機械的なストレスを受けることにより発生すると考えられる。しかし、必ずしも電子写真感光体の表面に傷を伴うものではない。また、一度圧傷が発生した電子写真感光体を、例えば $200^\circ C$ で1時間加熱することで、圧傷が消失する場合も見られる。このため、電子写真感光体の表面そのものではなく、 $a-SiC$ 表面層を介して $a-Si$ 光導電層に過度のストレスが加わったために発生するものと考えられている。本発明においては、 $a-SiC$ 中間層の $Si+C$ 原子密度を $a-SiC$ 表面層に比べて小さくすることで、 $a-SiC$ 表面層が受ける機械的なストレスを $a-SiC$ 中間層により効果的に緩和できると推測される。

30

以上の作用を得るため、本発明の電子写真感光体の $a-SiC$ 中間層は、その $D_M$ を $a-SiC$ 表面層の $D_S$ よりも低くする必要があるが、 $D_M$ があまり低くなると、圧傷防止効果が損なわれてくる。そのため、本発明では、上述した $a-SiC$ 表面層の $D_S$ の範囲に対して、効果の確認された $a-SiC$ 中間層の $D_M$ の範囲として $5.50$ 以上とすることが好ましい。

【0045】

また、本発明者の検討によれば、 $a-SiC$ 中間層の光透過性に対する影響は、 $C_M$ および $D_M$ が支配的であり、 $H_M$ への依存性はほぼ見られなかった。これは、 $Si+C$ 原子密度が $a-SiC$ 表面層と比べて低いため、光透過率における $H/(Si+C+H)$ への依存性が小さいためと考えられる。

40

本発明において、 $a-SiC$ 中間層を形成するには、上記の $a-SiC$ 表面層を形成する場合と同様の方法が採用でき、層形成条件(成膜条件)を適宜調整することで設定すればよい。

【0046】

( $a-SiC$ 表面層)

本発明において、 $a-SiC$ 表面層は、上記数式(1)および上記数式(2)を満たし、 $C_S$ が $0.61$ 以上 $0.75$ 以下であり、 $H_S$ が $0.20$ 以上 $0.45$ 以下であり、層厚が $0.2\mu m$ 以上 $3.0\mu m$ 以下である。

上述した $a-SiC$ 表面層の $C_S$ および $H_S$ の範囲においては、 $a-SiC$ 表面層の層厚が厚くなるほど $a-SiC$ 表面層の内部応力は大きくなると推測される。しかしながら

50

、 $a-SiC$ 表面層の層厚が $0.2\mu m$ 以上 $3.0\mu m$ 以下の範囲においては、上記数式(1)および上記数式(2)を満たせば、上記2つの膜剥がれが生じないことが確認できた。

$a-SiC$ 表面層の層厚が薄くなりすぎると、電子写真プロセスにおける $a-SiC$ 表面層の摩耗量を十分に確保することが困難な場合があるため、層厚は $0.2\mu m$ 以上とする。

#### 【0047】

なお、 $H_s$ は $a-SiC$ 表面層の $H/(Si+C+H)$ であり、 $C_s$ は $a-SiC$ 表面層の $C/(Si+C)$ である。より具体的には、 $H_s$ は $a-SiC$ 表面層の $H/(Si+C+H)$ の層厚方向分布の平均値であり、 $C_s$ は $a-SiC$ 表面層の $C/(Si+C)$ の層厚方向分布の平均値である。それぞれ、最大値や最小値ではなく、平均値であるのは、 $a-SiC$ 表面層全体の影響により、 $a-SiC$ 表面層で生じる応力が決まるためである。

本発明では、さらに、 $H_s$ を $0.30$ 以上とすることで、高湿流れおよび耐摩耗性を維持しながら、光感度のさらなる向上が可能となる。この理由は、 $a-SiC$ 表面層において $H_s$ を $0.30$ 以上とすることで光学的バンドギャップが広がるためである。これにより、光感度の向上が可能となる。そのため、本発明では、上述した $H_s$ の範囲において、さらに $H_s$ を $0.30$ 以上とすることが好ましい。

#### 【0048】

本発明の $a-SiC$ 表面層は、例えば、プラズマCVD法、真空蒸着法、スパッタリング法、イオンプレーティング法などの方法によって形成することができるが、これらの中でも、原料供給の容易さなどから、プラズマCVD法が好ましい。

$a-SiC$ 表面層の形成方法としてプラズマCVD法を選択した場合、 $a-SiC$ 表面層の形成方法は以下のとおりである。

ケイ素原子供給用の原料ガスと炭素原子供給用の原料ガスとを、内部を減圧にしうる反応容器の中に所望のガス状態で導入し、反応容器の中にグロー放電を生起させる。これによって導入した原料ガスを分解し、 $a-SiC$ で構成された層を形成すればよい。

#### 【0049】

本発明において、ケイ素原子供給用の原料ガスとしては、シラン( $SiH_4$ )、ジシラン( $Si_2H_6$ )などのようなシラン類が好適に使用できる。また、炭素原子供給用の原料ガスとしては、メタン( $CH_4$ )、アセチレン( $C_2H_2$ )などの炭化水素ガスが好適に使用できる。また、 $H/(Si+C+H)$ の調整などを目的として、水素( $H_2$ )を、上記のガスとともに使用してもよい。

$a-SiC$ 表面層の $D_s$ を大きくするには、反応容器に供給する全原料ガスの流量が少なくなる方向に、高周波電力が高くなる方向に、反応容器の中の圧力が高くなる方向に、基体温度が高くなる方向に、 $a-SiC$ 表面層の形成条件を設定すればよい。

また、 $a-SiC$ 表面層の $C_s$ を大きくするには、反応容器に供給する全原料ガスの流量が少なくなる方向に、ケイ素原子供給用の原料ガスが少なくなる方向に、炭素原子供給用の原料ガスが多くなる方向に、高周波電力が高くなる方向に、 $a-SiC$ 表面層の形成条件を設定すればよい。

さらに、 $a-SiC$ 表面層の $H_s$ を小さくするには、反応容器に供給する全原料ガスの流量が少なくなる方向に、ケイ素原子供給用の原料ガスが少なくなる方向に、炭素原子供給用の原料ガスが少なくなる方向に、高周波電力が高くなる方向に、 $a-SiC$ 表面層の形成条件を設定すればよい。

$a-SiC$ 表面層を形成する際には、これらの条件を適宜組み合わせて設定すればよい。

#### 【0050】

(電荷注入阻止層、密着層)

本発明においては、図1(a)に示すように、基体1001と $a-Si$ 光導電層1004との間に $a-Si$ で構成され、炭素原子(C)、窒素原子(N)および酸素原子(O)

のうち少なくとも１種の原子を含有する電荷注入阻止層１００５を設けることが好ましい。これにより、電子写真感光体１０００の製造時に製造装置の中の部材から生じる膜剥がれを抑制することができ、画像欠陥の低減が可能となる。電荷注入阻止層１００５に含有されるＣ、ＮおよびＯのうち少なくとも１種の原子は、電荷注入阻止層１００５の中にまんべんなく均一に分布した状態で含有されていてもよいし、また、層厚方向に不均一に分布する状態で含有している部分があってもよい。

#### 【００５１】

電荷注入阻止層１００５の層厚は、電子写真特性および経済的効果などの点から、０．１～１０μｍであることが好ましく、０．３～５μｍであることがより好ましく、０．５～３μｍであることがより一層好ましい。

10

電荷注入阻止層１００５とａ－Ｓｉ光導電層１００４の間では、それぞれの層の組成へと連続的につなぐ、いわゆる変化層を必要に応じて設けてもよい。

本発明において、電子写真感光体１０００の製造装置内の部材からの膜剥がれをさらに抑制し、画像欠陥をさらに低減するために、図１（ｂ）に示すように基体１００１と電荷注入阻止層１００５の間に、水素化アモルファスシリコンナイトライド（以下「ａ－ＳｉＮ」とも表記する。）で構成された密着層１００６を形成することが好ましい。また、電荷注入阻止層１００５を設けない層構成の場合、基体１００１と光導電層１００４の間に、ａ－ＳｉＮで構成された密着層１００６を形成してもよい。

#### 【００５２】

（基体）

20

基体の材料としては、例えば、銅、アルミニウム、ニッケル、コバルト、鉄、クロム、モリブデン、チタンやこれらの合金を用いることができる。これらの中でも、加工性や製造コストの点から、アルミニウムが好ましい。アルミニウムを用いる場合、Ａｌ－Ｍｇ系合金、Ａｌ－Ｍｎ系合金を用いることが好ましい。

次に、本発明の電子写真感光体を製造する手順を、プラズマＣＶＤ法を用いて製造する場合を例にとって、図面を用いて詳細に説明する。

#### 【００５３】

図３は、電源周波数としてＲＦ帯を用いた高周波プラズマＣＶＤ法による電子写真感光体の製造装置の一例を、模式的に示した構成図である。この製造装置は、大別すると、堆積膜形成装置３１００、原料ガス供給装置３２００、反応容器３１１０の中を減圧するための排気装置（図示せず）から構成されている。堆積膜形成装置３１００は、碍子３１２１、カソード電極３１１１から構成され、高周波マッチングボックス３１１５を介して高周波電源３１２０がカソード電極３１１１に接続されている。また、反応容器３１１０の中には円筒状の基体３１１２を載置する載置台３１２３、基体加熱用ヒーター３１１３、原料ガス導入管３１１４が設置されている。反応容器３１１０は排気バルブ３１１８を介して排気装置（図示せず）に接続され、真空排気可能となっている。原料ガス供給装置３２００は、原料ガスのポンプ３２２１～３２２５とバルブ３２３１～３２３５、３２４１～３２４５、３２５１～３２５５、圧力調整器３２６１～３２６５、および、マスフローコントローラー３２１１～３２１５から構成される。各原料ガスのポンプはバルブ３２６０およびガス配管３１１６を介して反応容器３１１０の中のガス導入管３１１４に接続されている。

30

40

#### 【００５４】

この製造装置を用いた堆積膜の形成は、例えば以下のような手順によって行われる。

まず、反応容器３１１０の中に基体３１１２を設置し、例えば真空ポンプのような排気装置（図示せず）により反応容器３１１０の中を排気する。続いて、基体加熱用ヒーター３１１３により基体３１１２の温度を２００～３５０の所定の温度に制御する。

次に、堆積層形成用の原料ガスを、ガス供給装置３２００により流量制御し、反応容器３１１０の中に導入する。そして、真空計３１１９の表示を見ながら排気バルブ３１１８を操作し所定の圧力に設定する。

以上のようにして堆積の準備が完了した後、以下に示す手順で各層の形成を行う。

50

## 【 0 0 5 5 】

圧力が安定したところで、高周波電源 3 1 2 0 を所望の電力に設定して、高周波マッチングボックス 3 1 1 5 を通じてカソード電極 3 1 1 1 に高周波電力を供給し高周波グロー放電を生起させる。

この放電エネルギーによって反応容器 3 1 1 0 の中に導入された各原料ガスが分解され、基体 3 1 1 2 の上に所定のケイ素原子を主成分とする堆積層が形成される。所望の層厚の形成が行われた後、高周波電力の供給を止め、ガス供給装置 3 2 0 0 の各バルブを閉じて反応容器 3 1 1 0 への各原料ガスの流入を止め、堆積層の形成を終える。

同様の操作を、原料ガスの流量、圧力、高周波電力などの条件を変えながら複数回繰り返すことによって、所望の多層構造の電子写真感光体が製造される。

また、層形成の均一化を図るために、層形成を行っている間は、基体 3 1 1 2 を駆動装置（不図示）によって所定の速度で回転させることも有効である。

すべての層形成が終わったのち、リークバルブ 3 1 1 7 を開き、反応容器 3 1 1 0 の中を大気圧として、基体 3 1 1 2 を取り出す。

次に、図 4 を用いて a - S i 感光体を用いた電子写真装置による画像形成方法を説明する。

まず、電子写真感光体 4 0 0 1 を回転させ、電子写真感光体 4 0 0 1 の表面を主帯電器 4 0 0 2 により均一に帯電させる。その後、像露光光源 4 0 0 6 により電子写真感光体 4 0 0 1 の表面に像露光光を照射し、電子写真感光体 4 0 0 1 の表面に静電潜像を形成した後、現像器 4 0 1 2 より供給されるトナーを用いて現像を行う。この結果、電子写真感光体 4 0 0 1 の表面にトナー像が形成される。そして、このトナー像を転写帯電器 4 0 0 4 により転写材 4 0 1 0 に転写し、電子写真感光体 4 0 0 1 から分離帯電器 4 0 0 5 により転写材 4 0 1 0 を分離して、定着手段（不図示）によりトナー像を転写材に定着させる。

一方、トナー像が転写された電子写真感光体 4 0 0 1 の表面に残留するトナーをクリーナー 4 0 0 9 により除去し、その後、電子写真感光体 4 0 0 1 の表面を露光することにより電子写真感光体 4 0 0 1 中の静電潜像時の残キャリアを除電する。この一連のプロセスを繰り返すことで連続して画像形成が行われる。なお、4 0 0 3 は除電器であり、4 0 0 7 はマグネットローラーであり、4 0 0 8 はクリーニングブレードであり、4 0 1 1 は搬送手段である。

## 【 実施例 】

## 【 0 0 5 6 】

以下、実施例および比較例により、本発明をさらに詳しく説明するが、本発明はこれらにより何ら制限されるものではない。

## &lt; 実験例 1 &gt;

図 3 に示す R F 帯の高周波電源を用いたプラズマ処理装置を用いて、円筒状基体（直径 8 0 m m、長さ 3 5 8 m m、厚さ 3 m m の鏡面加工を施した円筒状のアルミニウム基体）の上に電子写真感光体サンプルを作製した。

その際の、電荷注入阻止層の形成条件を下記表 1 に、光導電層の形成条件を下記表 2 に、中間層の形成条件を下記表 3 に、表面層の形成条件を下記表 4 に、作製した電子写真感光体サンプルの積層条件を下記表 5 に示す。また、下記表 5 に示す電子写真感光体の層構成に関しては、実質的に電荷注入阻止層と光導電層、光導電層と中間層、中間層と表面層の間の層厚が 0  $\mu$  m となるように、高周波電力、S i H<sub>4</sub> 流量、C H<sub>4</sub> 流量、内圧を切り替えて形成した。さらに、表 2 に示す光導電層成膜条件 N o . P 1 2 は周波数として 4 0 M H z の高周波電源を、光導電層成膜条件 N o . P 1 3 は周波数として 4 0 0 k H z の高周波電源を用いて形成した。電子写真感光体サンプルの作製時には、電荷注入阻止層を R F 帯の高周波電源を用いて作製した後、高周波電源を切り替えて光導電層を形成した。

## 【 0 0 5 7 】



【表 1】

	電荷注入阻止層
SiH <sub>4</sub> [mL/min(normal)]	350
H <sub>2</sub> [mL/min(normal)]	750
B <sub>2</sub> H <sub>6</sub> [ppm](対SiH <sub>4</sub> )	1500
NO[mL/min(normal)]	10
高周波電力(W)	400
内圧(Pa)	80
基体温度(°C)	260
層厚	3

10

【 0 0 5 8 】

【表 2】

光導電 層成膜条件No.	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11	P12	P13	P14	P15
SiH <sub>4</sub> [mL/min(normal)]	50	75	100	100	200	400	400	550	450	600	600	100	300	100	100
H <sub>2</sub> [mL/min(normal)]	2300	2150	2300	2150	2150	2150	2150	2150	2150	2150	2150	2300	2150	2300	2300
B[ppm](対Si)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0	1.0
高周波電力(W)	1600	1050	1800	1050	1050	1050	900	1050	1050	1050	1050	1700	1050	1800	1800
内圧(Pa)	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80
基体温度(°C)	330	330	270	290	270	275	255	300	220	260	245	320	295	270	270

20

【 0 0 5 9 】

【表 3】

中間層成膜条件No.	M1	M2	M3	M4	M5	M6	M7	M8	M9
SiH <sub>4</sub> [mL/min(normal)]	26	90	26	26	26	300→26	26	26	26
CH <sub>4</sub> [mL/min(normal)]	190	370	600	260	190	0→500	600	500	400
H <sub>2</sub> [mL/min(normal)]	-	-	-	50	-	-	-	-	-
高周波電力(W)	200	400	500	250	250	400→700	350	350	400
内圧(Pa)	45	55	35	20	75	55	55	55	60
基体温度(°C)	290	260	290	290	260	290	290	290	290

30

なお、中間層成膜条件No. M6に関しては、矢印の左側の条件から右側の条件に向かって、SiH<sub>4</sub>流量、CH<sub>4</sub>流量および高周波電力を直線的に変化させて形成したことを示している。

【 0 0 6 0 】

40

【表 4】

表面層成膜 条件No.	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	S11	S12	S13	S14	S15	S16	S17	S18	S19	S20
SiH <sub>4</sub> [mL/min(normal)]	26	26	26	26	26	26	26	26	26	26	26	26	26	26	26	26	26	26	26	26
CH <sub>4</sub> [mL/min(normal)]	500	400	360	500	1400	600	500	360	190	100	230	500	700	260	190	190	260	360	360	320
H <sub>2</sub> [mL/min(normal)]	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	150	-	-	-	-	-	-	-
高周波電力(W)	800	750	700	750	400	900	850	900	1250	1250	400	780	1000	850	750	700	750	650	600	550
内圧(Pa)	80	80	80	80	55	46	60	80	120	150	80	90	30	80	80	80	80	80	80	80
基体温度(°C)	290	290	290	290	260	290	290	290	290	290	290	290	310	290	290	290	290	290	290	290

【 0 0 6 1 】

【表 5】

サンプル条件No.	電荷注入阻止層	光導電層	中間層	表面層
サ1	表1	P1	—	—
サ2	表1	P2	—	—
サ3	表1	P3	—	—
サ4	表1	P4	—	—
サ5	表1	P5	—	—
サ6	表1	P6	—	—
サ7	表1	P7	—	—
サ8	表1	P8	—	—
サ9	表1	P9	—	—
サ10	表1	P10	—	—
サ11	表1	P11	—	—
サ12	表1	P12	—	—
サ13	表1	P13	—	—
サ14	表1	P14	—	—
サ15	表1	P15	—	—
サ16	表1	P5	M1	—
サ17	表1	P5	M2	—
サ18	表1	P5	M3	—
サ19	表1	P5	M4	—
サ20	表1	P5	M5	—
サ21	表1	P5	M6	—
サ22	表1	P5	M7	—
サ23	表1	P5	M8	—
サ24	表1	P5	M9	—
サ25	表1	P5	M1	S1
サ26	表1	P5	M1	S2
サ27	表1	P5	M1	S3
サ28	表1	P5	M1	S4
サ29	表1	P5	M1	S5
サ30	表1	P5	M1	S6
サ31	表1	P5	M1	S7
サ32	表1	P5	M1	S8
サ33	表1	P5	M1	S9
サ34	表1	P5	M1	S10
サ35	表1	P5	M1	S11
サ36	表1	P5	M1	S12
サ37	表1	P5	M1	S13
サ38	表1	P5	M1	S14
サ39	表1	P5	M1	S15
サ40	表1	P5	M1	S16
サ41	表1	P5	M1	S17
サ42	表1	P5	M1	S18
サ43	表1	P5	M1	S19
サ44	表1	P5	M1	S20

## 【0062】

なお、光導電層の層厚は、電荷注入阻止層および光導電層のみを積層させた場合は0.3 μm、光導電層の上にさらに中間層を積層させた場合は40 μmとした。中間層の層厚は、電荷注入阻止層、光導電層および中間層のみを積層させた場合は0.3 μm、さらに表面層を積層させた場合は0.5 μmとした。表面層の層厚は0.3 μmとした。

実験例1により作製したサンプル条件No.サ1～サ15を用いて、光導電層におけるSi原子密度、H原子密度および $H/(Si+H)$ を後述の分析方法により求めた。また、実験例1により作製したサンプル条件No.サ16～サ24を用いて、中間層における $C/(Si+C)$ 、 $H/(Si+C+H)$ 、 $Si+C$ 原子密度を後述の分析方法により求めた。さらに、実験例1により作製したサンプル条件No.サ25～サ44を用いて、表面層における $C/(Si+C)$ 、 $H/(Si+C+H)$ および $Si+C$ 原子密度を後述の分析方法により求めた。これら結果を表6に示す。

## 【0063】

( $H/(Si+H)$ 、 $C/(Si+C)$ 、 $H/(Si+C+H)$ の測定)

実験例1のサンプル条件No. サ1～サ15により作製した電子写真感光体サンプルの任意の周方向における長手方向の中央部を15mm四方の正方形で切り出し、測定用試料を作製した。そして、測定用試料をRBS(ラザフォード後方散乱法)(日新ハイボルテージ(株)製:後方散乱測定装置 AN-2500)により、RBSの測定面積における光導電層中のケイ素原子の原子数の深さ方向測定を行った。

RBSと同時に、上述した測定用試料をHFS(水素前方散乱法)(日新ハイボルテージ(株)製:後方散乱測定装置 AN-2500)により、HFSの測定面積における水素原子の原子数の深さ方向測定を行った。

【0064】

10

そして、RBSの測定面積から求めたケイ素原子の原子数と、HFSの測定面積から求めた水素原子の原子数を用いて、光導電層における $H/(Si+H)$ を求めた。

光導電層における $H/(Si+H)$ の算出方法と同様に、実験例1のサンプル条件No. サ16～サ24により作製した電子写真感光体から中間層における $H/(Si+C+H)$ を求めた。ただし、中間層における $H/(Si+C+H)$ を算出するために、RBSにより測定面積における中間層中のケイ素原子の原子数および炭素原子の原子数の深さ方向測定を行った。そして、RBSの測定面積から求めたケイ素原子の原子数および炭素原子の原子数とHFSの測定面積から求めた水素原子の原子数とを用いて中間層における $H/(Si+C+H)$ を算出した。また、中間層における $C/(Si+C)$ は、RBSにより測定面積における中間層中のケイ素原子の原子数および炭素原子の原子数の深さ方向測定からえられたRBSの測定面積から求めたケイ素原子の原子数および炭素原子の原子数を用いて算出した。

20

【0065】

さらに、実験例1のサンプル条件No. サ25～サ44により作製した電子写真感光体サンプルから表面層における $C/(Si+C)$ および $H/(Si+C+H)$ を中間層における $C/(Si+C)$ および $H/(Si+C+H)$ の算出と同様にして求めた。

なお、RBSおよびHFSの具体的な測定条件は、入射イオン:  $4He^+$ 、入射エネルギー: 2.3 MeV、入射角:  $75^\circ$ 、試料電流: 35 nA、入射ビーム径: 1 mmとした。RBSの検出器は、散乱角:  $160^\circ$ 、アパーチャ径: 8 mm、HFSの検出器は、反跳角:  $30^\circ$ 、アパーチャ径: 8 mm + Slitにより測定を行った。

30

【0066】

(層厚測定)

$H/(Si+H)$ の測定、 $C/(Si+C)$ の測定および $H/(Si+C+H)$ の測定で用いた測定用試料を縦3mm、横3mm、高さ1mmに切り出した。この切り出した測定用試料を、FIB(日立ハイテクノロジーズ製: FB-2100)を用いて、幅20～30  $\mu m$ 、厚さ0.05  $\mu m$ ～0.15  $\mu m$ 、深さ(層厚方向)45  $\mu m$ ～50  $\mu m$ に薄片加工した。次に、この薄片加工した測定用試料を透過型電子顕微鏡: TEM(日立ハイテクノロジーズ製: H-7500形)により層厚方向に垂直な方向から観察した。得られた透過像から、実験例1のサンプル条件No. サ1～サ15からは光導電層、実験例1のサンプル条件No. サ16～サ24からは中間層、実験例1のサンプル条件No. サ25～サ44からは表面層の層厚を算出した。

40

【0067】

( $Si$ 原子密度、 $C$ 原子密度、 $H$ 原子密度および $Si+C$ 原子密度の算出)

上述した $H/(Si+H)$ の測定により得られたRBSの測定面積から求めたケイ素原子の原子数とHFSの測定面積から求めた水素原子の原子数と、上述した層厚測定により求めた光導電層の層厚を用いて、光導電層の $Si$ 原子密度および $H$ 原子密度を求めた。

また、上述した $C/(Si+C)$ および $H/(Si+C+H)$ の測定により得られたRBSの測定面積から求めたケイ素原子および炭素原子の原子数と、上述した層厚測定により求めた中間層および表面層の層厚を用いて、中間層および表面層の $Si$ 原子密度、 $C$ 原子密度および $Si+C$ 原子密度を求めた。

50

【 0 0 6 8 】

【 表 6 】

サンプル 条件No.	光導電層			中間層			表面層		
	Si原子密度 ( $10^{22}$ 原子/cm <sup>3</sup> )	H原子密度 ( $10^{22}$ 原子/cm <sup>3</sup> )	H/ (Si+H)	C/ (Si+C)	H/ (Si+C+H)	Si+C原子密度 ( $10^{22}$ 原子/cm <sup>3</sup> )	C/ (Si+C)	Si+C原子密度 ( $10^{22}$ 原子/cm <sup>3</sup> )	H/ (Si+C+H)
サ1	4.69	0.41	0.08	—	—	—	—	—	—
サ2	4.68	0.50	0.10	—	—	—	—	—	—
サ3	4.67	0.65	0.12	—	—	—	—	—	—
サ4	4.64	0.72	0.13	—	—	—	—	—	—
サ5	4.58	0.91	0.17	—	—	—	—	—	—
サ6	4.52	1.23	0.21	—	—	—	—	—	—
サ7	4.45	1.38	0.24	—	—	—	—	—	—
サ8	4.43	1.52	0.26	—	—	—	—	—	—
サ9	4.22	1.89	0.31	—	—	—	—	—	—
サ10	4.28	2.08	0.33	—	—	—	—	—	—
サ11	4.22	2.22	0.34	—	—	—	—	—	—
サ12	4.20	0.57	0.12	—	—	—	—	—	—
サ13	4.80	0.65	0.12	—	—	—	—	—	—
サ14	4.67	0.65	0.12	—	—	—	—	—	—
サ15	4.67	0.65	0.12	—	—	—	—	—	—
サ16	—	—	—	0.49	0.35	6.55	—	—	—
サ17	—	—	—	0.25	0.31	5.96	—	—	—
サ18	—	—	—	0.68	0.31	5.96	—	—	—
サ19	—	—	—	0.53	0.20	6.42	—	—	—
サ20	—	—	—	0.53	0.45	6.42	—	—	—
サ21	—	—	—	0.32	0.21	5.57	—	—	—
サ22	—	—	—	0.65	0.39	5.31	—	—	—
サ23	—	—	—	0.64	0.39	5.50	—	—	—
サ24	—	—	—	0.64	0.40	5.95	—	—	—
サ25	—	—	—	—	—	—	0.75	6.60	0.43
サ26	—	—	—	—	—	—	0.73	6.81	0.41
サ27	—	—	—	—	—	—	0.72	6.90	0.41
サ28	—	—	—	—	—	—	0.74	6.48	0.45
サ29	—	—	—	—	—	—	0.70	6.35	0.39
サ30	—	—	—	—	—	—	0.74	6.60	0.31
サ31	—	—	—	—	—	—	0.74	6.81	0.31
サ32	—	—	—	—	—	—	0.74	7.25	0.33
サ33	—	—	—	—	—	—	0.75	8.43	0.32
サ34	—	—	—	—	—	—	0.75	8.91	0.32
サ35	—	—	—	—	—	—	0.61	6.60	0.45
サ36	—	—	—	—	—	—	0.75	6.60	0.45
サ37	—	—	—	—	—	—	0.75	6.60	0.20
サ38	—	—	—	—	—	—	0.71	7.56	0.29
サ39	—	—	—	—	—	—	0.67	7.73	0.30
サ40	—	—	—	—	—	—	0.65	7.67	0.31
サ41	—	—	—	—	—	—	0.70	7.43	0.33
サ42	—	—	—	—	—	—	0.71	6.77	0.42
サ43	—	—	—	—	—	—	0.70	6.65	0.44
サ44	—	—	—	—	—	—	0.68	6.68	0.45

【 0 0 6 9 】

なお、分光エリプソメトリーによる表面層の層厚測定をしたところ、F I BおよびT E Mを用いて算出した表面層の層厚と同じ値が得られた。

【 0 0 7 0 】

分光エリプソメトリーによる表面層の層厚測定は、以下のように行った。

まず、電荷注入阻止層および光導電層のみを形成したリファレンス電子写真感光体を作製し、任意の周方向における長手方向の中央部を15mm四方の正方形で切り出し、リファレンス試料を作製した。

次に、電荷注入阻止層、光導電層および表面層を形成した電子写真感光体を同様に切り出し、測定用試料を作製した。

リファレンス試料と測定用試料を分光エリプソメトリー(J. A. Woollam社製：高速分光エリプソメトリー M - 2000)により測定し、表面層の膜厚を求めた。

分光エリプソメトリーの具体的な測定条件は、入射角：60°、65°、70°、測定波長：195nmから700nm、ビーム径：1mm×2mmである。

まず、リファレンス試料を分光エリプソメトリーにより各入射角で波長と振幅比 および位相差 の関係を求めた。

次に、リファレンス試料の測定結果をリファレンスとして、測定用試料をリファレンス試料と同様に分光エリプソメトリーにより各入射角で波長と振幅比 および位相差 の関係を求めた。

さらに、電荷注入阻止層および光導電層、表面層を順次形成し、最表面に表面層と空気層とが共存する粗さ層を有する層構成を計算モデルとして用いて、解析ソフトにより粗さ層の表面層と空気層の体積比を変化させて、各入射角における波長と振幅比 および位相差 の関係を計算により求めた。そして、各入射角における上記計算により求めた波長と振幅比 および位相差 の関係と測定用試料を測定して求めた波長と振幅比 および位相差 の関係との平均二乗誤差が最小となるときの計算モデルを選択した。この選択した計算モデルにより表面層の膜厚を算出し、得られた値を表面層の膜厚とした。なお、解析ソフトは J . A . Woollam 社製の WVASE 32 を用いた。また、粗さ層の表面層と空気層の体積比に関しては、表面層：空気層を 10：0 から 1：9 まで粗さ層における空気層の比率を 1 ずつ変化させて計算をした。本実施例の各成膜条件で作製されたプラス帯電用 a - Si 感光体においては、粗さ層の表面層と空気層の体積比が 8：2 のときに計算によって求められた波長と振幅比 および位相差 の関係と測定して求められた波長と振幅比 および位相差 の関係との平均二乗誤差が最小となった。

#### 【0071】

分光エリプソメトリーによる測定が終了した後、上記測定用試料を RBS（ラザフォード後方散乱法）（日新ハイボルテージ（株）製：後方散乱測定装置 AN-2500）により、RBS の測定面積における表面層中のケイ素原子および炭素原子の原子数を測定した。測定したケイ素原子および炭素原子の原子数から、 $C / (Si + C)$  を求めた。次に、RBS の測定面積から求めたケイ素原子および炭素原子に対し、分光エリプソメトリーにより求めた表面層の膜厚を用いて、Si 原子密度、C 原子密度および Si + C 原子密度を求めた。

RBS と同時に、上記測定用試料を HFS（水素前方散乱法）（日新ハイボルテージ（株）製：後方散乱測定装置 AN-2500）により、HFS の測定面積における表面層中の水素原子の原子数を測定した。HFS の測定面積から求めた水素原子の原子数と、RBS の測定面積から求めたケイ素原子の原子数および炭素原子の原子数により、 $H / (Si + C + H)$  を求めた。次に、HFS 測定面積から求めた水素原子数に対し、分光エリプソメトリーにより求めた表面層の膜厚を用いて、H 原子密度を求めた。

RBS および HFS の具体的な測定条件は、入射イオン： $4He^{+}$ 、入射エネルギー：2.3 MeV、入射角： $75^{\circ}$ 、試料電流：35 nA、入射ビーム径：1 mm である。また、RBS の検出器は、散乱角： $160^{\circ}$ 、アパーチャ径：8 mm、HFS の検出器は、反跳角： $30^{\circ}$ 、アパーチャ径：8 mm + Slit で測定を行った。

#### 【0072】

< 実施例 1 ~ 7、比較例 1 ~ 2 >

実験例 1 と同様に、円筒状基体の上に上記表 1 に示す電荷注入阻止層を形成した後、下記表 7 ~ 15 の条件によりプラス帯電用 a - Si 感光体を作製した。

なお、電子写真感光体は、各成膜条件（層形成条件）で 2 本ずつ作製した。

#### 【0073】

【表 7】

実施例1						
成膜 条件No.	電荷注入 阻止層	光導電層	中間層		表面層	
			サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )	サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )
1	表1	P2	M1	0.1	S7	3.0
2	表1	P4	M1	0.1	S7	3.0
3	表1	P7	M1	0.1	S7	3.0
4	表1	P9	M1	0.1	S7	3.0
5	表1	P10	M1	0.1	S7	3.0

10

【0074】

【表 8】

比較例1						
成膜 条件No.	電荷注入 阻止層	光導電層	中間層		表面層	
			サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )	サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )
6	表1	P1	M1	0.1	S7	3.0
7	表1	P11	M1	0.1	S7	3.0

20

【0075】

【表 9】

実施例2						
成膜 条件No.	電荷注入 阻止層	光導電層	中間層		表面層	
			サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )	サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )
8	表1	P1	M1	0.1	S6	3.0
9	表1	P4	M1	0.1	S8	3.0
10	表1	P6	M1	0.1	S9	3.0
11	表1	P7	M1	0.1	S10	3.0

30

【0076】

【表 10】

実施例3						
成膜 条件No.	電荷注入 阻止層	光導電層	中間層		表面層	
			サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )	サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )
12	表1	P11	M1	0.1	S6	3.0
13	表1	P9	M1	0.1	S8	3.0
14	表1	P8	M1	0.1	S9	3.0

40

【0077】

【表 1 1】

実施例4						
成膜 条件No.	電荷注入 阻止層	光導電層	中間層		表面層	
			サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )	サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )
15	表1	P8	M1	0.1	S1	3.0
16	表1	P8	M1	0.1	S2	3.0
17	表1	P8	M1	0.1	S3	3.0

10

【 0 0 7 8 】

【表 1 2】

比較例2						
成膜 条件No.	電荷注入 阻止層	光導電層	中間層		表面層	
			サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )	サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )
18	表1	P8	M1	0.1	S4	3.0
19	表1	P8	M1	0.1	S5	3.0

20

【 0 0 7 9 】

【表 1 3】

実施例5						
成膜 条件No.	電荷注入 阻止層	光導電層	中間層		表面層	
			サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )	サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )
20	表1	P3	M1	0.1	S6	3.0
21	表1	P5	M1	0.1	S8	3.0

30

【 0 0 8 0 】

【表 1 4】

実施例6						
成膜 条件No.	電荷注入 阻止層	光導電層	中間層		表面層	
			サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )	サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )
22	表1	P9	M1	0.1	S6	3.0

40

【 0 0 8 1 】



【表 15】

成膜 条件No.	電荷注入 阻止層	光導電層	実施例7			
			中間層		表面層	
			サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )	サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )
23	表1	P12	M1	0.1	S6	3.0
24	表1	P13	M1	0.1	S6	3.0
25	表1	P14	M1	0.1	S6	3.0
26	表1	P15	M1	0.5	S6	3.0
27	表1	P3	M1	1.0	S6	3.0
28	表1	P3	M2	0.1	S6	3.0
29	表1	P3	M3	0.1	S6	3.0
30	表1	P3	M4	0.1	S6	3.0
31	表1	P3	M5	0.1	S6	3.0
32	表1	P3	M6	0.1	S6	3.0
33	表1	P3	M1	0.1	S6	0.2
34	表1	P3	M1	0.1	S11	3.0
35	表1	P3	M1	0.1	S12	3.0
36	表1	P3	M1	0.1	S13	3.0

## 【0082】

実施例1～7および比較例1～2で作製した各成膜条件の1本の電子写真感光体を用いて、後述の評価条件にて膜剥がれの評価を行った。そして、各成膜条件の残り1本の電子写真感光体を用いて、後述の評価条件にて高湿流れ、耐摩耗性の評価を行った。それらの結果を表16～27に示す。

なお、実施例7では、 $D_s$ および光導電層における $H/(Si+H)$ を成膜条件No. 20と同じとし、 $D_p$ 、光導電層中のホウ素量、 $C_M$ 、 $H_M$ 、中間層の層厚、 $C_S$ 、 $H_S$ 、表面層の層厚を変更した電子写真感光体を作製し、各々の電子写真感光体について評価を行った。 $D_p$ の差による効果の差を確認した電子写真感光体が成膜条件No. 23、24、光導電層の中に含有されるホウ素量の差による効果の差を確認したのが成膜条件No. 25、26である。

## 【0083】

また、中間層の層厚の差による効果の差を確認した電子写真感光体が成膜条件No. 20、27、 $C_M$ の差による効果の差を確認したのが成膜条件No. 28、29、 $H_M$ の差による効果の差を確認したのが成膜条件No. 30、31である。 $C_M$ 、 $H_M$ および $D_M$ を連続的に変化させたのが成膜条件No. 32である。さらに、表面層の層厚の差による効果の差を確認した電子写真感光体が成膜条件No. 20、33、 $C_S$ の差による効果の差を確認したのが成膜条件No. 34、35、 $H_S$ の差による効果の差を確認したのが成膜条件No. 35、36である。それら結果を表22に示す。

## 【0084】

また、同様にして、 $D_s$ と光導電層における $H/(Si+H)$ を成膜条件No. 8と同じとし、 $D_p$ 、光導電層中のホウ素量、 $C_M$ 、 $H_M$ 、中間層の層厚、 $C_S$ 、 $H_S$ 、表面層の層厚を変更した電子写真感光体を作製し、各々の電子写真感光体について評価を行った。各電子写真感光体の成膜条件はNo. 37～49とし、それらの評価結果を表23に示す。

$D_s$ と光導電層における $H/(Si+H)$ を成膜条件No. 11と同じとした場合、成膜条件No. 12と同じとした場合、成膜条件No. 14と同じとした場合についても同様の電子写真感光体の作製、および評価を行った。 $D_s$ と光導電層における $H/(Si+H)$ を成膜条件No. 11と同じとして作製した電子写真感光体の成膜条件をNo. 50

～ 62とし、それらの評価結果を表24に示す。 $D_s$ と光導電層における $H/(Si+H)$ を成膜条件No. 12と同じとして作製した電子写真感光体の成膜条件をNo. 63～75とし、それらの評価結果を表25に示す。 $D_s$ と光導電層における $H/(Si+H)$ を成膜条件No. 14と同じとして作製した電子写真感光体の成膜条件をNo. 76～88とし、それらの評価結果を表26に示す。

#### 【0085】

(膜剥がれ評価)

電子写真感光体の表面にカッターナイフを用いて、50mm×50mmの範囲内に約0.3～0.5mm幅の傷をつけ、5mm間隔で100個の升目を描いたクロスハッチパターンを作製する。このとき作製した傷は、基体まで到達させるように傷をつけた。このクロスハッチパターンを、電子写真感光体の周方向、軸方向にランダムに12箇所描いたものを膜剥がれ評価用の電子写真感光体とした。

膜剥がれ評価用の電子写真感光体を、温度20℃、相対湿度50%に保たれた環境下に1時間放置した後、-50℃まで温度を下げ、その環境下に12時間放置した。12時間放置後、直ちに、温度30℃、相対湿度80%に保たれた環境下に膜剥がれ評価用の電子写真感光体を移し2時間放置した。上記のサイクルを5回繰り返し替えた後、次に同じ膜剥がれ評価用の電子写真感光体を温度25℃の水道水の中に入れ、5日間放置した。

#### 【0086】

以上の処理を行った膜剥がれ評価用の電子写真感光体を目視で観察し、升目内の一部でも膜剥がれが生じた升目数を目視で確認した。その後、膜剥がれが生じた領域を上述した「層厚測定」と同様にFIBおよびTEMを用いて層厚を測定し、電子写真感光体層厚方向で膜剥がれが発生した位置を特定した。上述した測定により得られた目視により確認した膜剥がれが生じた升目数と膜剥がれの発生位置とにより、中間層と光導電層との界面近傍での膜剥がれの個数および光導電層の破壊により生じた膜剥がれの個数を求め、膜剥がれの評価とした。

#### 【0087】

膜剥がれの評価において、中間層と光導電層との界面近傍での膜剥がれ、または光導電層の破壊により膜剥がれが生じた升目が5個未満をA、10個未満をB、30個未満をC、30個以上をDとした。

以上の評価において、B評価以上であれば、輸送状態も含めた電子写真感光体の使用状況において、膜剥がれのリスクは大幅に低減され、さらにA評価では、膜剥がれリスクはほとんど生じないと考えられる。

#### 【0088】

(高湿流れ評価)

高湿流れ評価で使用した電子写真装置は、図4に示す構成の電子写真装置を準備した。より具体的には、キヤノン(株)製のデジタル電子写真装置「iR-5065」(商品名)である。

上記電子写真装置に作製した電子写真感光体を設置し、温度25℃、相対湿度75%の高湿環境下で連続通紙試験前のA3文字チャート(4pt、印字率4%)の画像を出力した。このとき、感光体用ヒーターをONにする条件で実施した。

連続通紙試験前の画像出力後、連続通紙試験を実施した。連続通紙試験時は、電子写真装置を稼働して連続通紙試験を実施している間および電子写真装置を停止している間を通じて常に感光体用ヒーターをOFFにする条件で実施した。

#### 【0089】

具体的には、印字率1%のA4テストパターンを用いて、1日当たり2.5万枚の連続通紙試験を10日間実施して25万枚まで行った。連続通紙試験終了後、温度25℃、相対湿度75%の環境下で15時間放置した。

15時間後、感光体用ヒーターをOFFのまま立ち上げ、A3文字チャート(4pt、印字率4%)の画像を出力した。連続通紙試験前に出力した画像と連続通紙試験後に出力した画像とを、それぞれキヤノン(株)製のデジタル電子写真装置「iRC-5870」

10

20

30

40

50

(商品名)を用いて、モノクロ300dpiの2値の条件でPDFファイルに電子化した。電子化した画像をAdobe製の画像編集ソフト「Adobe Photoshop」(商品名)を用いて、電子写真感光体1周分の画像領域(251.3mm×273mm)の黒比率を測定した。次に、連続通紙耐久前に出力した画像に対する連続通紙試験後に出力した画像の黒比率の比率を求め、高湿流れの評価を行った。

#### 【0090】

高湿流れが発生した場合、画像全体で文字がぼける、または、文字が印字されずに白抜けするため、連続通紙試験前の正常な画像と比較した場合、出力された画像における黒比率が低下する。よって、連続通紙試験前の正常な画像に対する連続通紙試験後に出力された画像の黒比率の比率が100%に近いほど高湿流れが良好となる。

10

高湿流れの評価において、連続通紙試験前の画像に対する連続通紙試験後に出力した画像の黒比率が95%以上105%以下をA、90%以上95%未満をB、85%以上90%未満をC、80%以上85%未満をD、70%以上80%未満をE、70%未満をFとした。なお、高湿流れ評価に対して、D以上で本発明の効果が得られていると判断した。

#### 【0091】

##### (耐摩耗性評価)

耐摩耗性の評価方法は、作製直後の電子写真感光体の表面層の層厚を電子写真感光体の任意の周方向で長手方向9点(電子写真感光体の長手方向中央を基準として、0mm、±50mm、±90mm、±130mm、±150mm)、および、上記任意の周方向から180°回転させた位置での長手方向9点、合計18点を測定し、その18点の平均値により算出した。

20

測定方法は、2mmのスポット径で電子写真感光体の表面に垂直に光を照射し、分光計(大塚電子製:MC PD-2000)を用いて、反射光の分光測定を行った。得られた反射波形をもとに表面層の層厚を算出した。このとき、波長範囲を500nmから750nm、光導電層の屈折率は3.30とし、表面層の屈折率は上述したSi+C原子密度測定の際に行った分光エリプソメトリーの測定より求まる値を用いた。

#### 【0092】

層厚測定後、高湿流れ評価と同様に、キヤノン(株)製のデジタル電子写真装置「iR-5065」(商品名)に作製した電子写真感光体を設置し、温度25℃、相対湿度75%の高湿環境下で高湿流れ評価1と同様の条件により連続通紙試験を実施した。25万枚連続通紙試験が終了した後、電子写真感光体を電子写真装置から取り出し、作製直後と同じ位置で層厚を測定し、作製直後と同様に連続通紙試験した後の表面層の層厚を算出した。そして、作製直後および連続通紙試験後で得られた表面層の平均層厚から差分を求め、25万枚での摩耗量を算出した。そして、成膜条件No.88の電子写真感光体の作製直後および連続通紙試験後で得られた表面層の平均層厚の差分に対する各電子写真感光体の表面層の平均層厚の差分の比率を求め、相対評価を行った。

30

耐摩耗性評価において、成膜条件No.88の電子写真感光体の表面層の平均層厚の差分に対する各成膜条件にて作製された電子写真感光体の表面層の平均層厚の差分の比率が60%以下をA、60%より大きく70%以下をB、70%より大きく80%以下をC、80%より大きく90%以下をD、90%より大きく100%未満をE、100%以上をFとした。なお、耐摩耗性評価に対して、D以上で本発明の効果が得られていると判断した。

40

#### 【0093】

以上の評価結果を各層の分析結果とともに表16~表26に示す。また、 $D_s$ の値を前記数式(1)、前記数式(2)および前記数式(3)の右辺に代入した際の値を求め、表16~表26に示した。なお、表中には、光導電層と中間層との界面近傍における膜剥がれを界面、光導電層の破壊による膜剥がれを破壊と記載している。また、 $D_s$ の値を前記数式(1)、前記数式(2)および前記数式(3)の右辺に代入して求めた値を、それぞれ式(1)、式(2)および式(3)と記載している。また、表16以下の表中、「DP」は「 $D_p$ 」を意味し、「HP1」は「 $H_{p1}$ 」を意味し、「HP2」は「 $H_{p2}$ 」を意

50

味し、「 $H_P$ 」は「 $H_{Pmax}$ 」を意味し、「 $CM$ 」は「 $C_M$ 」を意味し、「 $HM$ 」は「 $H_M$ 」を意味し、「 $DM$ 」は「 $D_M$ 」を意味し、「 $CS$ 」は「 $C_S$ 」を意味し、「 $DS$ 」は「 $D_S$ 」を意味し、「 $HS$ 」は「 $H_S$ 」を意味し、「式(1)」は「数式(1)の右辺」を意味し、「式(2)」は「数式(2)の右辺」を意味し、「式(3)」は「式(3)の右辺」を意味する。

【0094】

【表16】

	成膜条件 No.	光導電層					中間層				表面層				式(1)	式(2)	式(3)	膜剥がれ		高湿 流れ	耐摩 耗性
		DP	HP1	HP2	HP	B (ppm)	CM	HM	DM	層厚	CS	DS	HS	層厚				界面	破壊		
比較例1	6	4.69	0.08	0.08	0.08	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.81	0.31	3.0	0.10	0.33	0.13	C	A	A	A
実施例1	1	4.68	0.10	0.10	0.10	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.81	0.31	3.0	0.10	0.33	0.13	B	A	A	A
	2	4.64	0.13	0.13	0.13	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.81	0.31	3.0	0.10	0.33	0.13	A	A	A	A
	3	4.45	0.24	0.24	0.24	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.81	0.31	3.0	0.10	0.33	0.13	A	A	A	A
	4	4.22	0.31	0.31	0.31	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.81	0.31	3.0	0.10	0.33	0.13	A	A	A	A
	5	4.28	0.33	0.33	0.33	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.81	0.31	3.0	0.10	0.33	0.13	A	B	A	A
比較例1	7	4.22	0.34	0.34	0.34	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.81	0.31	3.0	0.10	0.33	0.13	A	C	A	A

10

【0095】

表16の結果より、 $H_{P2}$ が前記数式(1)を満たすことで、光導電層と中間層との界面近傍での膜剥がれに対する抑制効果が得られることが確認できた。そして、 $H_{P2}$ が前記数式(3)を満たすことで、光導電層と中間層との界面近傍での膜剥がれに対するより

20

高い抑制効果が得られることが確認できた。  
また、 $H_{Pmax}$ を前記数式(2)の上限値以下とすることで、光導電層が破壊されることにより生じる膜剥がれに対する高い抑制効果が得られることが確認できた。そして、 $H_{Pmax}$ を0.31以下とすることで、光導電層の破壊による膜剥がれに対するより高い抑制効果が得られることが確認できた。

【0096】

【表17】

	成膜条件 No.	光導電層					中間層				表面層				式(1)	式(2)	式(3)	膜剥がれ		高湿 流れ	耐摩 耗性
		DP	HP1	HP2	HP	B (ppm)	CM	HM	DM	層厚	CS	DS	HS	層厚				界面	破壊		
実施例2	8	4.69	0.08	0.08	0.08	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.60	0.31	3.0	0.08	0.34	0.12	B	A	B	B
実施例1	1	4.68	0.10	0.10	0.10	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.81	0.31	3.0	0.10	0.33	0.13	B	A	A	A
実施例2	9	4.64	0.13	0.13	0.13	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	7.25	0.33	3.0	0.13	0.31	0.17	B	A	A	A
	10	4.52	0.21	0.21	0.21	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.43	0.32	3.0	0.21	0.26	0.26	B	A	A	A
	11	4.45	0.24	0.24	0.24	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.91	0.32	3.0	0.24	0.24	0.30	B	A	A	A

30

【0097】

表17の結果より、前記数式(1)を満たすことで、光導電層と中間層との界面近傍における膜剥がれに対して $D_P$ 、光導電層中のホウ素量、 $C_M$ 、 $H_M$ 、中間層の層厚、 $C_S$ 、 $H_S$ 、表面層の層厚によらず同等の効果が得られることが確認できた。

また、表16および表17の結果より、 $H_{P2}$ を、前記数式(1)を満たす範囲とすることにより、光導電層と中間層との界面近傍での膜剥がれに対する高い抑制効果が得られることが確認できた。

40

【0098】

【表 18】

	成膜 条件 No.	光導電層					中間層				表面層				式(1)	式(2)	式(3)	膜剥がれ		高湿 流れ	耐摩 耗性
		DP	HP1	HP2	HP	B (ppm)	CM	HM	DM	層厚	CS	DS	HS	層厚				界面	破壊		
実施例3	12	4.22	0.34	0.34	0.34	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.60	0.31	3.0	0.08	0.34	0.12	A	B	B	B
実施例1	5	4.28	0.33	0.33	0.33	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.81	0.31	3.0	0.10	0.33	0.13	A	B	A	A
実施例3	13	4.22	0.31	0.31	0.31	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	7.25	0.33	3.0	0.13	0.31	0.17	A	A	A	A
	14	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.43	0.32	3.0	0.21	0.26	0.26	A	A	A	A
実施例2	11	4.45	0.24	0.24	0.24	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.91	0.32	3.0	0.24	0.24	0.30	B	A	A	A

【0099】

10

表18の結果より、前記数式(2)を満たすことで、光導電層の破壊により生じる膜剥がれに対して高い抑制効果が得られることが確認できた。そして、 $H_{pmax}$ を0.31以下とすることで、光導電層の破壊による膜剥がれに対するより高い抑制効果が得られることが確認できた。

【0100】

【表 19】

	成膜 条件 No.	光導電層					中間層				表面層				式(1)	式(2)	式(3)	膜剥がれ		高湿 流れ	耐摩 耗性
		DP	HP1	HP2	HP	B (ppm)	CM	HM	DM	層厚	CS	DS	HS	層厚				界面	破壊		
比較例2	19	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.70	6.35	0.39	3.0	0.06	0.35	0.10	A	A	F	F
	18	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.48	0.45	3.0	0.07	0.34	0.11	A	A	E	E
実施例4	15	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.43	3.0	0.08	0.34	0.12	A	A	B	B
	16	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.73	6.81	0.41	3.0	0.10	0.33	0.13	A	A	A	A
	17	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.72	6.90	0.41	3.0	0.10	0.32	0.14	A	A	A	A

20

【0101】

表19の結果より、表面層におけるSi+C原子密度を $D_s \times 10^{22}$ 原子/cm<sup>3</sup>としたとき、 $D_s$ を6.60以上にすることで、耐高湿流れ性および耐摩耗性が向上することが確認できた。また、 $D_s$ を6.81以上にすることで、耐高湿流れ性および耐摩耗性がさらに向上することがわかった。このように、感光体用ヒーターが無い電子写真装置を用いた場合であっても高湿流れが良好となることから、表面層におけるSi+C原子密度を上記範囲とすることで省エネルギー性に対しても良好な電子写真感光体が得られることが確認できた。

30

以上、表16～表19の結果より、 $D_s$ を6.60以上とし、さらに、 $H_{p2}$ と $D_s$ が前記数式(1)および前記数式(2)を満たすことにより、耐高湿流れ性および耐摩耗性に優れ、さらに、急激な環境の変化による膜剥がれに対する耐性に優れた電子写真感光体を作製することができることが確認できた。

【0102】

【表 20】

	成膜 条件 No.	光導電層					中間層				表面層				式(1)	式(2)	式(3)	膜剥がれ		高湿 流れ	耐摩 耗性
		DP	HP1	HP2	HP	B (ppm)	CM	HM	DM	層厚	CS	DS	HS	層厚				界面	破壊		
実施例5	20	4.67	0.12	0.12	0.12	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.60	0.31	3.0	0.08	0.34	0.12	A	A	B	B
実施例1	2	4.64	0.13	0.13	0.13	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.81	0.31	3.0	0.10	0.33	0.13	A	A	A	A
実施例5	21	4.58	0.17	0.17	0.17	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	7.25	0.33	3.0	0.13	0.31	0.17	A	A	A	A
実施例3	14	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.43	0.32	3.0	0.21	0.26	0.26	A	A	A	A

40

【0103】

表20の結果より、前記数式(3)を満たすことで、光導電層と中間層との界面近傍における膜剥がれに対して同等の効果が得られることが確認できた。

また、表16、表17および表20の結果より、 $H_{p2}$ を、前記数式(3)を満たす範囲とすることにより、光導電層と中間層との界面近傍での膜剥がれに対するさらに高い抑

50

制効果が得られることが確認できた。

【 0 1 0 4 】

【 表 2 1 】

	成膜 条件 No.	光導電層					中間層				表面層				式(1)	式(2)	式(3)	膜剥がれ		高温 流れ	耐摩 耗性
		DP	HP1	HP2	HP	B (ppm)	CM	HM	DM	層厚	CS	DS	HS	層厚				界面	破壊		
実施例6	22	4.22	0.31	0.31	0.31	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.60	0.31	3.0	0.08	0.34	0.12	A	A	B	B
実施例1	4	4.22	0.31	0.31	0.31	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.81	0.31	3.0	0.10	0.33	0.13	A	A	A	A
実施例3	13	4.22	0.31	0.31	0.31	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	7.25	0.33	3.0	0.13	0.31	0.17	A	A	A	A

【 0 1 0 5 】

表 2 1 の結果より、 $H_{pmax}$  を 0.31 以下とすることで、光導電層の破壊による膜剥がれに対して同等の効果が得られることが確認できた。

また、表 1 6、表 1 8 および表 2 1 の結果より、 $H_{pmax}$  を 0.31 以下とすることにより、光導電層の破壊による膜剥がれに対するさらに高い抑制効果が得られることが確認できた。

【 0 1 0 6 】

【 表 2 2 】

	成膜 条件 No.	光導電層					中間層				表面層				式(1)	式(2)	式(3)	膜剥がれ		高温 流れ	耐摩 耗性
		DP	HP1	HP2	HP	B (ppm)	CM	HM	DM	層厚	CS	DS	HS	層厚				界面	破壊		
実施例5	20	4.67	0.12	0.12	0.12	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.60	0.31	3.0	0.08	0.34	0.12	A	A	B	B
実施例7	23	4.20	0.12	0.12	0.12	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.60	0.31	3.0	0.08	0.34	0.12	A	A	B	B
	24	4.80	0.12	0.12	0.12	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.60	0.31	3.0	0.08	0.34	0.12	A	A	B	B
	25	4.67	0.12	0.21	0.21	0.0	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.60	0.31	3.0	0.08	0.34	0.12	A	A	B	B
	26	4.67	0.12	0.21	0.21	1.0	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.60	0.31	3.0	0.08	0.34	0.12	A	A	B	B
	27	4.67	0.12	0.12	0.12	0.5	0.49	0.35	6.55	1.0	0.74	6.60	0.31	3.0	0.08	0.34	0.12	A	A	B	B
	28	4.67	0.12	0.12	0.12	0.5	0.25	0.31	5.96	0.1	0.74	6.60	0.31	3.0	0.08	0.34	0.12	A	A	B	B
	29	4.67	0.12	0.12	0.12	0.5	0.68	0.31	5.96	0.1	0.74	6.60	0.31	3.0	0.08	0.34	0.12	A	A	B	B
	30	4.67	0.12	0.12	0.12	0.5	0.53	0.20	6.42	0.1	0.74	6.60	0.31	3.0	0.08	0.34	0.12	A	A	B	B
	31	4.67	0.12	0.12	0.12	0.5	0.53	0.45	6.42	0.1	0.74	6.60	0.31	3.0	0.08	0.34	0.12	A	A	B	B
	32	4.67	0.12	0.12	0.12	0.5	0.32	0.21	5.57	0.5	0.74	6.60	0.31	3.0	0.08	0.34	0.12	A	A	B	B
	33	4.67	0.12	0.12	0.12	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.74	6.60	0.31	0.2	0.08	0.34	0.12	A	A	B	B
	34	4.67	0.12	0.12	0.12	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.61	6.60	0.45	3.0	0.08	0.34	0.12	A	A	B	B
	35	4.67	0.12	0.12	0.12	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.45	3.0	0.08	0.34	0.12	A	A	B	B
	36	4.67	0.12	0.12	0.12	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.20	3.0	0.08	0.34	0.12	A	A	B	B

【 0 1 0 7 】

表 2 2 は、成膜条件 No. 20 を基準として、光導電層の  $D_p$  およびホウ素量、中間層の層厚、 $C_M$  および  $H_M$ 、表面層の層厚、 $C_S$  および  $H_S$  を変化させた時の結果を示したものである。この結果より、以下の条件を満たせば、耐高湿流れ性、耐摩耗性および光導電層と中間層との界面近傍における膜剥がれに対して、 $D_p$ 、光導電層中のホウ素量、 $C_M$ 、 $H_M$ 、中間層の層厚、 $C_S$ 、 $H_S$ 、表面層の層厚によらず同等の効果が得られることが確認できた。

以下の条件とは、次のとおりである。 $D_S$  が 6.60 で、かつ前記数式 (3) を満たす  $D_S$  および  $H_{p2}$  において、 $D_p$  が 4.20 以上 4.80 以下。光導電層中のホウ素量が 0 以上 1 ppm 以下、中間層の層厚が 0.1  $\mu m$  以上 1.0  $\mu m$  以下、 $C_M$  が 0.25 以上 0.9  $\times C_S$  以下、 $H_M$  が 0.20 以上 0.45 以下。表面層の層厚が 0.2  $\mu m$  以上 3.0  $\mu m$  以下、 $C_S$  が 0.61 以上 0.75 以下、 $H_S$  が 0.20 以上 0.45 以下。

【 0 1 0 8 】

また、成膜条件 No. 32 の結果より、中間層の  $C_M$ 、 $H_M$  および  $D_M$  を連続的に変化させた場合であっても、以下の条件を満たせば、光導電層と中間層との界面近傍における膜剥がれに対して成膜条件 No. 20 と同等の効果が得られることが確認できた。

以下の条件とは、次のとおりである。 $C_M$  の平均値が 0.25 以上 0.9  $\times C_S$  以下、 $H_M$  の平均値が 0.20 以上 0.45 以下、 $D_M$  の平均値が 6.60 よりも小さい。

【 0 1 0 9 】

【表 2 3】

成膜 条件 No.	光導電層					中間層				表面層				式(1)	式(2)	式(3)	膜剥がれ		高湿 流れ	耐摩 耗性
	DP	HP1	HP2	HP	B (ppm)	CM	HM	DM	層厚	CS	DS	HS	層厚				界面	破壊		
8	4.69	0.08	0.08	0.08	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	B	A	B	B
37	4.20	0.08	0.08	0.08	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	B	A	B	B
38	4.80	0.08	0.08	0.08	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	B	A	B	B
39	4.69	0.08	0.08	0.08	0.0	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	B	A	B	B
40	4.69	0.08	0.08	0.08	1.0	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	B	A	B	B
41	4.69	0.08	0.08	0.08	0.5	0.49	0.35	6.55	1.0	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	B	A	B	B
42	4.69	0.08	0.08	0.08	0.5	0.25	0.31	5.96	0.1	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	B	A	B	B
43	4.69	0.08	0.08	0.08	0.5	0.68	0.31	5.96	0.1	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	B	A	B	B
44	4.69	0.08	0.08	0.08	0.5	0.53	0.20	6.42	0.1	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	B	A	B	B
45	4.69	0.08	0.08	0.08	0.5	0.53	0.45	6.42	0.1	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	B	A	B	B
46	4.69	0.08	0.08	0.08	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.30	0.2	0.08	0.34	0.12	B	A	B	B
47	4.69	0.08	0.08	0.08	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.61	6.60	0.45	3.0	0.08	0.34	0.12	B	A	B	B
48	4.69	0.08	0.08	0.08	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.45	3.0	0.08	0.34	0.12	B	A	B	B
49	4.69	0.08	0.08	0.08	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.20	3.0	0.08	0.34	0.12	B	A	B	B

10

【 0 1 1 0 】

表 2 3 は、成膜条件 No. 8 を基準として、光導電層の  $D_p$  およびホウ素量、中間層の層厚、 $C_M$  および  $H_M$ 、表面層の層厚、 $C_S$  および  $H_S$  を変化させた時の結果を示したものである。この結果より、以下の条件を満たせば、耐高湿流れ性、耐摩耗性および光導電層と中間層との界面近傍における膜剥がれに対して、 $D_p$ 、光導電層中のホウ素量、 $C_M$ 、 $H_M$ 、中間層の層厚、 $C_S$ 、 $H_S$ 、表面層の層厚によらず同等の効果が得られることが確認できた。

20

以下の条件とは、次のとおりである。 $D_S$  が 6.60 で、かつ、前記数式 (1) を満たす  $D_S$  および  $H_{P2}$  において、 $D_p$  が 4.20 以上 4.80 以下、光導電層中のホウ素量が 0 以上 1 ppm 以下。中間層の層厚が 0.1  $\mu m$  以上 1.0  $\mu m$  以下、 $C_M$  が 0.25 以上 0.9  $\times C_S$  以下、 $H_M$  が 0.20 以上 0.45 以下。表面層の層厚が 0.2  $\mu m$  以上 3.0  $\mu m$  以下、 $C_S$  が 0.61 以上 0.75 以下、 $H_S$  が 0.20 以上 0.45 以下。

30

【 0 1 1 1 】

【表 2 4】

成膜 条件 No.	光導電層					中間層				表面層				式(1)	式(2)	式(3)	膜剥がれ		高湿 流れ	耐摩 耗性
	DP	HP1	HP2	HP	B (ppm)	CM	HM	DM	層厚	CS	DS	HS	層厚				界面	破壊		
11	4.45	0.24	0.24	0.24	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.91	0.32	3.0	0.24	0.24	0.30	B	A	A	A
50	4.20	0.24	0.24	0.24	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.91	0.32	3.0	0.24	0.24	0.30	B	A	A	A
51	4.80	0.24	0.24	0.24	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.91	0.32	3.0	0.24	0.24	0.30	B	A	A	A
52	4.45	0.24	0.24	0.24	0.0	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.91	0.32	3.0	0.24	0.24	0.30	B	A	A	A
53	4.45	0.24	0.24	0.24	1.0	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.91	0.32	3.0	0.24	0.24	0.30	B	A	A	A
54	4.45	0.24	0.24	0.24	0.5	0.49	0.35	6.55	1.0	0.75	8.91	0.32	3.0	0.24	0.24	0.30	B	A	A	A
55	4.45	0.24	0.24	0.24	0.5	0.25	0.31	5.96	0.1	0.75	8.91	0.32	3.0	0.24	0.24	0.30	B	A	A	A
56	4.45	0.24	0.24	0.24	0.5	0.68	0.31	5.96	0.1	0.75	8.91	0.32	3.0	0.24	0.24	0.30	B	A	A	A
57	4.45	0.24	0.24	0.24	0.5	0.53	0.20	6.42	0.1	0.75	8.91	0.32	3.0	0.24	0.24	0.30	B	A	A	A
58	4.45	0.24	0.24	0.24	0.5	0.53	0.45	6.42	0.1	0.75	8.91	0.32	3.0	0.24	0.24	0.30	B	A	A	A
59	4.45	0.24	0.24	0.24	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.91	0.32	0.2	0.24	0.24	0.30	B	A	A	A
60	4.45	0.24	0.24	0.24	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.61	8.91	0.45	3.0	0.24	0.24	0.30	B	A	A	A
61	4.45	0.24	0.24	0.24	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.91	0.45	3.0	0.24	0.24	0.30	B	A	A	A
62	4.45	0.24	0.24	0.24	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.91	0.20	3.0	0.24	0.24	0.30	B	A	A	A

40

【 0 1 1 2 】

表 2 4 は、成膜条件 No. 11 を基準として、光導電層の  $D_p$  およびホウ素量、中間層の層厚、 $C_M$  および  $H_M$ 、表面層の層厚、 $C_S$  および  $H_S$  を変化させた時の結果を示した

50

ものである。この結果より、以下の条件を満たせば、以下の効果が得られることが確認できた。以下の条件とは、次のとおりである。前記数式(1)および前記数式(2)を満たす $D_S$ および $H_{P2}$ において、 $D_P$ が4.20以上4.80以下、光導電層中のホウ素量が0以上1ppm以下。中間層の層厚が0.1 $\mu$ m以上1.0 $\mu$ m以下、 $C_M$ が0.25以上 $0.9 \times C_S$ 以下、 $H_M$ が0.20以上0.45以下。表面層の層厚が0.2 $\mu$ m以上3.0 $\mu$ m以下、 $C_S$ が0.61以上0.75以下、 $H_S$ が0.20以上0.45以下。

以下の効果とは、次のとおりである。光導電層と中間層との界面近傍における膜剥がれおよび光導電層の破壊による膜剥がれの両方に対して、 $D_P$ 、光導電層中のホウ素量、 $C_M$ 、 $H_M$ 、中間層の層厚、 $C_S$ 、 $H_S$ 、表面層の層厚によらず同等の効果が得られる。

【0113】

【表25】

成膜条件 No.	光導電層					中間層				表面層				式(1)	式(2)	式(3)	膜剥がれ		高湿 流れ	耐摩 耗性
	DP	HP1	HP2	HP	B (ppm)	CM	HM	DM	層厚	CS	DS	HS	層厚				界面	破壊		
12	4.22	0.34	0.34	0.34	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	A	B	B	B
63	4.20	0.34	0.34	0.34	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	A	B	B	B
64	4.80	0.34	0.34	0.34	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	A	B	B	B
65	4.22	0.34	0.34	0.34	0.0	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	A	B	B	B
66	4.22	0.34	0.34	0.34	1.0	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	A	B	B	B
67	4.22	0.34	0.34	0.34	0.5	0.49	0.35	6.55	1.0	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	A	B	B	B
68	4.22	0.34	0.34	0.34	0.5	0.25	0.31	5.96	0.1	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	A	B	B	B
69	4.22	0.34	0.34	0.34	0.5	0.68	0.31	5.96	0.1	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	A	B	B	B
70	4.22	0.34	0.34	0.34	0.5	0.53	0.20	6.42	0.1	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	A	B	B	B
71	4.22	0.34	0.34	0.34	0.5	0.53	0.45	6.42	0.1	0.75	6.60	0.30	3.0	0.08	0.34	0.12	A	B	B	B
72	4.22	0.34	0.34	0.34	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.30	0.2	0.08	0.34	0.12	A	B	B	B
73	4.22	0.34	0.34	0.34	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.61	6.60	0.45	3.0	0.08	0.34	0.12	A	B	B	B
74	4.22	0.34	0.34	0.34	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.45	3.0	0.08	0.34	0.12	A	B	B	B
75	4.22	0.34	0.34	0.34	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	6.60	0.20	3.0	0.08	0.34	0.12	A	B	B	B

【0114】

表25は、成膜条件No.12を基準として、光導電層の $D_P$ およびホウ素量、中間層の層厚、 $C_M$ および $H_M$ 、表面層の層厚、 $C_S$ および $H_S$ を変化させた時の結果を示したものである。この結果より、以下の条件を満たせば、以下の効果が得られることが確認できた。以下の条件とは、次のとおりである。 $D_S$ が6.60で、かつ、前記数式(2)を満たす $D_S$ および $H_{P2}$ において、 $D_P$ が4.20以上4.80以下、光導電層中のホウ素量が0以上1ppm以下。中間層の層厚が0.1 $\mu$ m以上1.0 $\mu$ m以下、 $C_M$ が0.25以上 $0.9 \times C_S$ 以下、 $H_M$ が0.20以上0.45以下。表面層の層厚が0.2 $\mu$ m以上3.0 $\mu$ m以下、 $C_S$ が0.61以上0.75以下、 $H_S$ が0.20以上0.45以下。

以下の効果とは、次のとおりである。耐高湿流れ性、耐摩耗性および光導電層と中間層との界面近傍における膜剥がれおよび光導電層の破壊による膜剥がれの両方に対して、 $D_P$ 、光導電層中のホウ素量、 $C_M$ 、 $H_M$ 、中間層の層厚、 $C_S$ 、 $H_S$ 、表面層の層厚によらず同等の効果が得られる。

【0115】



【表 2 6】

成膜 条件 No.	光導電層					中間層				表面層				式(1)	式(2)	式(3)	膜剥がれ		高湿 流れ	耐摩 耗性
	DP	HP1	HP2	HP	B (ppm)	CM	HM	DM	層厚	CS	DS	HS	層厚				界面	破壊		
14	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.43	0.32	3.0	0.21	0.26	0.26	A	A	A	A
76	4.20	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.43	0.32	3.0	0.21	0.26	0.26	A	A	A	A
77	4.80	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.43	0.32	3.0	0.21	0.26	0.26	A	A	A	A
78	4.43	0.26	0.26	0.26	0.0	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.43	0.32	3.0	0.21	0.26	0.26	A	A	A	A
79	4.43	0.26	0.26	0.26	1.0	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.43	0.32	3.0	0.21	0.26	0.26	A	A	A	A
80	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	1.0	0.75	8.43	0.32	3.0	0.21	0.26	0.26	A	A	A	A
81	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.25	0.31	5.96	0.1	0.75	8.43	0.32	3.0	0.21	0.26	0.26	A	A	A	A
82	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.68	0.31	5.96	0.1	0.75	8.43	0.32	3.0	0.21	0.26	0.26	A	A	A	A
83	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.53	0.20	6.42	0.1	0.75	8.43	0.32	3.0	0.21	0.26	0.26	A	A	A	A
84	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.53	0.45	6.42	0.1	0.75	8.43	0.32	3.0	0.21	0.26	0.26	A	A	A	A
85	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.43	0.32	0.2	0.21	0.26	0.26	A	A	A	A
86	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.61	8.43	0.45	3.0	0.21	0.26	0.26	A	A	A	A
87	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.43	0.45	3.0	0.21	0.26	0.26	A	A	A	A
88	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.1	0.75	8.43	0.20	3.0	0.21	0.26	0.26	A	A	A	A

10

## 【0 1 1 6】

表 2 6 は、成膜条件 No. 14 を基準として、光導電層の  $D_p$  およびホウ素量、中間層の層厚、 $C_M$  および  $H_M$ 、表面層の層厚、 $C_S$  および  $H_S$  を変化させた時の結果を示したものである。この結果より、以下の条件を満たせば、以下の効果が得られることが確認できた。以下の条件とは、次のとおりである。前記数式(2)および前記数式(3)を満たす  $D_S$  および  $H_{P2}$  において、 $D_p$  が 4.20 以上 4.80 以下、光導電層中のホウ素量が 0 以上 1 ppm 以下。中間層の層厚が 0.1  $\mu m$  以上 1.0  $\mu m$  以下、 $C_M$  が 0.25 以上 0.9  $\times C_S$  以下、 $H_M$  が 0.20 以上 0.45 以下。表面層の層厚が 0.2  $\mu m$  以上 3.0  $\mu m$  以下、 $C_S$  が 0.61 以上 0.75 以下、 $H_S$  が 0.20 以上 0.45 以下。

20

以下の効果とは、次のとおりである。光導電層と中間層との界面近傍における膜剥がれおよび光導電層の破壊による膜剥がれの両方に対して、 $D_p$ 、光導電層中のホウ素量、 $C_M$ 、 $H_M$ 、中間層の層厚、 $C_S$ 、 $H_S$ 、表面層の層厚によらず同等の効果が得られる。

## 【0 1 1 7】

30

< 実施例 8 ~ 12 >

実験例 1 と同様に、円筒状基体の上に下記表 2 8 ~ 表 3 3 の条件によりプラス帯電用 a-Si 感光体を作製した。その際、密着層および電荷注入阻止層は下記表 2 7 に示す条件とした。

なお、電子写真感光体の作製本数は、各成膜条件(層形成条件)で 2 本ずつ作製した。

## 【0 1 1 8】

【表 2 7】

	密着層 成膜条件No.	電荷注入阻止層 成膜条件No.		
	N1	U1	U2	U3
SiH <sub>4</sub> [mL/min(normal)]	350	350	350	350
H <sub>2</sub> [mL/min(normal)]	750	750	750	750
B[ppm](対Si)	1500	1500	1500	1500
NO[mL/min(normal)]	—	—	10	—
CH <sub>4</sub> [mL/min(normal)]	—	—	—	500
N <sub>2</sub> [mL/min(normal)]	750	—	—	—
高周波電力(W)	400	400	400	400
内圧(Pa)	40	40	40	40
基体温度(°C)	260	260	260	260

10

【 0 1 1 9 】

【表 2 8】

実施例8							
成膜 条件No.	電荷注入 阻止層	光導電層		中間層		表面層	
		サンプル 条件No.	層厚 (μm)	サンプル 条件No.	層厚 (μm)	サンプル 条件No.	層厚 (μm)
88	U2	P8	30	M1	0.8	S19	3.0
89	U2	P8	40	M1	0.8	S19	3.0
90	U2	P8	50	M1	0.8	S19	3.0

20

【 0 1 2 0 】

【表 2 9】

実施例8							
成膜 条件No.	電荷注入 阻止層	光導電層		中間層		表面層	
		サンプル 条件No.	層厚 (μm)	サンプル 条件No.	層厚 (μm)	サンプル 条件No.	層厚 (μm)
91	U2	P8	40	M7	0.5	S19	3.0
92	U2	P8	40	M8	0.5	S19	3.0
93	U2	P8	40	M9	0.5	S19	3.0

30

【 0 1 2 1 】

【表 3 0】

実施例10							
成膜 条件No.	電荷注入 阻止層	光導電層		中間層		表面層	
		サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )	サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )	サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )
94	U2	P8	40	M1	0.8	S5	3.0
95	U2	P8	40	M1	0.8	S14	3.0
96	U2	P8	40	M1	0.8	S15	3.0
97	U2	P8	40	M1	0.8	S16	3.0
98	U2	P8	40	M1	0.8	S17	3.0
99	U2	P8	40	M1	0.8	S18	3.0
100	U2	P8	40	M1	0.8	S19	3.0
101	U2	P8	40	M1	0.8	S20	3.0

10

【 0 1 2 2 】

【表 3 1】

実施例11								
成膜 条件No.	密着層	電荷注入 阻止層	光導電層		中間層		表面層	
			サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )	サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )	サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )
102	—	U1	P8	40	M1	0.8	S19	3.0
103	—	U2	P8	40	M1	0.8	S19	3.0
104	—	U3	P8	40	M1	0.8	S19	3.0
105	N1	—	P8	40	M1	0.8	S19	3.0
106	N1	U2	P8	40	M1	0.8	S19	3.0

20

【 0 1 2 3 】

【表 3 2】

実施例12							
成膜 条件No.	電荷注入 阻止層	光導電層		中間層		表面層	
		サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )	サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )	サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu\text{m}$ )
107	U2	P9	40	M1	0.8	S19	3.0

30

【 0 1 2 4 】

【表 3 3】

	実施例12								
成膜 条件No.	電荷注入 阻止層	光導電層				中間層		表面層	
		層厚中央より基板側		層厚中央より中間層側					
		サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu$ m)	サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu$ m)	サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu$ m)	サンプル 条件No.	層厚 ( $\mu$ m)
108	U2	P9→P6	20	P6→P3	20	M1	0.8	S19	3.0
109	U2	P9	20	P6	20	M1	0.8	S19	3.0
110	U2	P6	20	P9	20	M1	0.8	S19	3.0
111	U2	P9	20	P9+P4	15+5	M1	0.5	S19	3.0

40

50

## 【 0 1 2 5 】

なお、成膜条件 No. 108 の光導電層に関しては、光導電層の層厚 20  $\mu$ m の間にサンプル条件 No. P9 から P6 の成膜条件へと直線的に変化させた。さらに光導電層の層厚 20  $\mu$ m から 40  $\mu$ m の間にサンプル条件 No. P6 から P3 の成膜条件へと直線的に変化させた。また、成膜条件 No. 111 の光導電層に関しては、光導電層の層厚 35  $\mu$ m までをサンプル条件 No. P9 の成膜条件で形成し、その後、光導電層の層厚 5  $\mu$ m をサンプル条件 No. P4 の成膜条件で形成した。

## 【 0 1 2 6 】

実施例 8 ~ 12 で作製した各成膜条件の 1 本の電子写真感光体を用いて、後述の評価方法にて圧傷を評価した後、実施例 1 と同様に膜剥がれの評価を行った。そして、各成膜条件の残り 1 本の電子写真感光体を用いて、後述の評価方法にて帯電特性、感度、ゴーストおよび画像欠陥を評価した後、実施例 1 と同様に高湿流れ、耐摩耗性の評価を行った。それらの結果を表 34 ~ 表 39 に示す。

10

## 【 0 1 2 7 】

## ( 感度評価 )

感度評価には、主帯電器のワイヤーおよびグリッドにそれぞれ高圧電源を接続したキヤノン (株) 製のデジタル電子写真装置「iR - 5065」(商品名)の改造機を用いた。

作製した電子写真感光体を上述の電子写真装置に設置した。その後、像露光を照射していない状態で、グリッド電位を 820 V とし、主帯電器のワイヤーへ供給する電流を調整して現像器の位置の電子写真感光体の長手方向中央での電子写真感光体の表面電位が 400 V となるように設定した。

20

次に、先に設定した帯電条件で帯電させた状態で、像露光を連続的に照射し、その照射エネルギーを調整することにより、現像器の位置の平均電位を 100 V とした。その際の照射エネルギーを用いて評価した。

## 【 0 1 2 8 】

感度評価で用いた電子写真装置の像露光光源は、発振波長が 658 nm の半導体レーザーである。評価結果は成膜条件 No. 94 の電子写真感光体を搭載した場合の照射エネルギーを 1.00 とした相対比較で示した。

感度の評価について、成膜条件 No. 94 の電子写真感光体での照射エネルギーに対する照射エネルギーの比が 1.10 未満を A とし、1.10 以上 1.15 未満を B とし、1.15 以上を C とした。

30

## 【 0 1 2 9 】

## ( 圧傷の評価 )

表面性試験装置 (HEIDON 社製: HEIDON - 14) を用いて、0.4 mm の曲率半径を有するダイヤモンド針に一定の荷重を加えて電子写真感光体の表面に接触させた。

この状態でダイヤモンド針を電子写真感光体の母線方向 (長手方向) に 50 mm / 分の一定速度で移動させた。移動距離は任意に設定できるが、ここでは 10 mm とした。

この操作を、電子写真感光体上の針を接触させる部位を変えながら、ダイヤモンド針に加える荷重を 50 g から 5 g ずつ増やして繰り返した。

40

こうして表面性試験を行った電子写真感光体の表面を顕微鏡で観察し、引っかき傷が無いことを確認した。その後、キヤノン (株) 製のデジタル電子写真装置「iR - 5065」(商品名)に設置し、ハーフトーンが印刷された原稿を用いて、反射濃度が 0.5 となる画像を出力した。

## 【 0 1 3 0 】

以上の手順で出力した画像を目視で観察し、圧傷が画像上で認められる最低の荷重を成膜条件 No. 89 での最低の荷重と比較した。よって、成膜条件 No. 89 での最低の荷重との比が大きいほど、圧傷に対して良好となる。

圧傷の評価において、成膜条件 No. 89 での最低の荷重に対する各成膜条件にて作製された電子写真感光体での最低の荷重の比が 0.60 以上を A、0.60 未満を B とした

50

。

## 【0131】

(帯電能評価)

帯電能の評価には、キヤノン(株)製のデジタル電子写真装置「iR-5065」(商品名)の改造機を用いた。この電子写真装置は、主帯電器のワイヤーおよび波長630nmの前露光LEDに外部電源を接続した。また、グリッド用のワイヤーを除去した主帯電器を用いた。

この電子写真装置を、温度25℃、相対湿度50%の環境下に設置し、感光体用ヒーターをONとした。また、前露光LEDに接続されている外部電源により、前露光LEDから出力される光量を所定の値に調整した。

10

## 【0132】

作製した電子写真感光体を上述の電子写真装置に設置した後、現像器の位置に電位センサーを電子写真感光体の長手方向中央位置に相当する場所に設置した。次に、上述の条件にて前露光を点灯させて、像露光を照射していない状態で主帯電器のワイヤーに+750μAを印加した時の現像器の位置での表面電位を測定した。この表面電位を用いて、帯電能の評価を行った。なお、評価結果は成膜条件No.88の電子写真感光体を搭載した場合の表面電位を1.00とした相対比較で示した。

電子写真感光体の帯電能が低い場合、主帯電器のワイヤーに印加される電流を一定とすると、表面電位は低下する。よって、表面電位が高いほど帯電能が良好となるため、この評価においては、数値が大きいほど帯電能に対して良好である。

20

帯電能の評価について、成膜条件No.88の電子写真感光体での表面電位に対する表面電位の比が1.30以上をA、1.15以上1.30未満をB、1.15未満をCとした。

## 【0133】

(ゴースト評価)

ゴーストの評価は、帯電能評価と同じ評価用の改造機を用いて行った。この電子写真装置は、主帯電器のワイヤー、グリッドおよび波長630nmの前露光LEDに不図示の外部電源が接続されている。

まず、前露光LEDに接続されている外部電源により、前露光LEDから出力される光量を所定の光量となるように調整した。

30

次に、作製した電子写真感光体を上述の電子写真装置に設置した後、現像器の位置に電位センサーを電子写真感光体長手方向中央位置に相当する場所に設置した。次に、上述の条件にて前露光を点灯させて、像露光光源をOFFにしてグリッド電位を820Vとし、主帯電器のワイヤーに供給する電流を調整して現像器の位置での電子写真感光体の表面電位が+400Vとなるように設定した。次いで、像露光光源から像露光を照射し、その照射エネルギーを調整することにより現像器の位置での電位を100Vとした。その後、電位センサーを取り出し、現像器を設置した。

## 【0134】

ゴーストの評価は、図6に示す画像左端部側にA3チャートの短辺の中央位置、左端から40mm位置を中心に40mmの範囲に反射濃度1.4の黒色四角を有し、左端から80mmの位置から右端から5mmの位置まで反射濃度0.4のハーフトーン(HT)が形成されているテストチャートを用いた。

40

テストチャートを用い、テストチャート左端側を原稿先端として原稿台に置き、現像バイアスを調整して、出力された画像におけるテストチャートのHT部の反射濃度が0.4となるように設定した。その状態でA3の電子写真画像を出力し、出力された画像の反射濃度を測定した。

## 【0135】

なお、テストチャートの出力は、電子写真装置を温度22℃、相対湿度50%の環境下に設置し、感光体用ヒーターをONにして、電子写真感光体の表面を約40℃に保った条件で行った。

50

測定位置は、A 3 の画像短辺の中央位置で、A 3 の画像左端から 2 9 1 m m 位置（上述の黒色四角の中心から電子写真感光体の 1 周分離れた位置）を基準位置とし、基準位置と比較位置（基準位置に対して A 3 の画像短辺方向  $\pm 3 0$  m m、長辺方向  $\pm 3 0$  m m の 4 点）の合計 5 点である。次に、4 点の比較位置で測定した反射濃度の平均値 G を求めた。反射濃度の測定は、反射濃度計（X - R i t e I n c 製：5 0 4 分光濃度計）を用いて測定した。

#### 【 0 1 3 6 】

そして、前記基準位置での反射濃度 F と前記比較位置での反射濃度の平均値 G の差の絶対値（ $F - G$ ）を求め、この差を用いてゴーストの評価を行った。なお、評価結果は成膜条件 N o . 1 1 5 の電子写真感光体を搭載した場合の前記基準位置での反射濃度 F と前記比較位置での反射濃度の平均値 G との差（ $F - G$ ）を 1 . 0 0 とした相対比較で示した。

ゴーストが発生した場合、前記比較位置での反射濃度の平均値 G よりも基準位置での反射濃度 F が高くなる。よって、この評価においては、数値が小さいほどゴーストに対して良好である。

ゴーストの評価について、上記（ $F - G$ ）の値が成膜条件 N o . 1 1 5 の電子写真感光体に対して 0 . 8 未満を A とし、0 . 8 以上 1 . 0 未満を B とした。

#### 【 0 1 3 7 】

（画像欠陥の評価）

画像欠陥の評価は、画像欠陥の原因となる電子写真感光体に形成された異常成長部の数を測定することにより行った。作製した電子写真感光体をラインセンサー C C D（竹中システム機器株式会社製 T L - 7 4 0 0 C L）を用いて、電子写真感光体の全面についてスキャンを行い、長径 1 0  $\mu$  m 以上の異常成長部の数を測定した。

「成膜条件 N o . 1 0 2 の電子写真感光体に形成された異常成長部の数」に対する「各成膜条件により作製した電子写真感光体に形成された異常成長部の数」の比を求め比較した。

画像欠陥の評価について、成膜条件 N o . 1 0 2 の電子写真感光体での異常成長部の数に対する異常成長部の数の比が 0 . 1 0 未満を A とし、0 . 1 0 以上 0 . 5 0 未満を B とし、0 . 5 0 以上を C とした。

以上の評価結果を各層の分析結果とともに表 3 4 ～表 3 9 に示す。

#### 【 0 1 3 8 】

#### 【表 3 4】

	成膜 条件 No.	光導電層						中間層				表面層				式(1)	式(2)	式(3)	膜剥がれ		高湿 流れ	耐摩 耗性	帯電 能	感度	圧傷	ゴースト	画像 欠陥
		DP	HP1	HP2	HP	B (ppm)	層厚	CM	HM	DM	層厚	CS	HS	DS	層厚				界面	破壊							
実施 例8	88	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	30	0.49	0.35	6.55	0.8	0.75	0.36	7.16	3.0	0.12	0.31	0.16	A	A	A	A	C	A	A	B	B
	89	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	40	0.49	0.35	6.55	0.8	0.75	0.36	7.16	3.0	0.12	0.31	0.16	A	A	A	A	A	A	A	B	B
	90	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	50	0.49	0.35	6.55	0.8	0.75	0.36	7.16	3.0	0.12	0.31	0.16	A	A	A	A	A	A	A	B	B

#### 【 0 1 3 9 】

表 3 4 の結果より、 $D_s$  が 6 . 6 0 以上、かつ前記数式（1）および前記数式（2）を満たす  $D_s$ 、 $H_{p2}$  および  $H_{pmax}$  であるとき、さらに、光導電層全体の層厚を 4 0  $\mu$  m 以上とすることで優れた帯電特性が得られることが確認できた。

#### 【 0 1 4 0 】

【表 3 5】

	成膜 条件 No.	光導電層					中間層				表面層				式(1)	式(2)	式(3)	膜剥がれ		高湿 流れ	耐摩 耗性	帯電 能	感度	圧傷	ゴー スト	画像 欠陥
		DP	HP1	HP2	HP	B (ppm)	CM	HM	DM	層厚	CS	HS	DS	層厚				界面	破壊							
実施 例9	91	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.65	0.39	5.31	0.8	0.75	0.36	7.16	3.0	0.12	0.31	0.16	A	A	A	A	A	A	B	B	B
	92	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.64	0.39	5.50	0.8	0.75	0.36	7.16	3.0	0.12	0.31	0.16	A	A	A	A	A	A	B	B	B
	93	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.64	0.4	5.95	0.8	0.75	0.36	7.16	3.0	0.12	0.31	0.16	A	A	A	A	A	A	B	B	B

【 0 1 4 1】

表 3 5 の結果より、 $D_S$  が 6 . 6 0 以上、かつ前記数式 ( 1 ) および前記数式 ( 2 ) を満たす  $D_S$ 、 $H_{P2}$  および  $H_{Pmax}$  であるとき、さらに、中間層における  $Si + C$  原子密度  $D_M$  を 5 . 5 0 以上とすることにより、圧傷が良好となることが確認できた。

【 0 1 4 2】

【表 3 6】

	成膜 条件 No.	光導電層					中間層				表面層				式(1)	式(2)	式(3)	膜剥がれ		高湿 流れ	耐摩 耗性	帯電 能	感度	圧傷	ゴー スト	画像 欠陥
		DP	HP1	HP2	HP	B (ppm)	CM	HM	DM	層厚	CS	HS	DS	層厚				界面	破壊							
実施 例10	94	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.8	0.70	0.39	6.35	3.0	0.06	0.35	0.10	A	A	F	F	A	A	A	B	B
	95	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.8	0.71	0.29	7.56	3.0	0.15	0.30	0.19	A	A	A	A	A	B	A	B	B
	96	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.8	0.67	0.30	7.73	3.0	0.16	0.29	0.21	A	A	A	A	A	A	A	B	B
	97	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.8	0.65	0.31	7.67	3.0	0.16	0.29	0.20	A	A	A	A	A	A	A	B	B
	98	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.8	0.70	0.33	7.43	3.0	0.14	0.30	0.18	A	A	A	A	A	A	A	B	B
	99	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.8	0.71	0.42	6.77	3.0	0.09	0.33	0.13	A	A	C	C	A	A	A	B	B
	100	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.8	0.70	0.44	6.65	3.0	0.09	0.33	0.12	A	A	C	C	A	A	A	B	B
	101	4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.8	0.68	0.45	6.68	3.0	0.09	0.33	0.12	A	A	C	C	A	A	A	B	B

【 0 1 4 3】

表 3 6 の結果より、 $D_S$  が 6 . 6 0 以上、かつ前記数式 ( 1 ) および前記数式 ( 2 ) を満たす  $D_S$ 、 $H_{P2}$  および  $H_{Pmax}$  であるとき、さらに、表面層における  $H_S$  を 0 . 3 0 以上 0 . 4 5 以下の範囲においては、光吸収が抑制され、良好な感度が得られることが確認できた。

【 0 1 4 4】

【表 3 7】

	成膜 条件 No.	光導電層					中間層				表面層				式(1)	式(2)	式(3)	膜剥がれ		高湿 流れ	耐摩 耗性	帯電 能	感度	圧傷	ゴー スト
		DP	HP1	HP2	HP	B (ppm)	CM	HM	DM	層厚	CS	HS	DS	層厚				界面	破壊						
実施例11		4.43	0.26	0.26	0.26	0.5	0.49	0.35	6.55	0.8	0.75	0.36	7.16	3.0	0.12	0.31	0.16	A	A	A	A	A	A	A	B

【 0 1 4 5】

【表 3 8】

	成膜条件 No.	密着層	電荷注入阻止層	画像欠陥
実施例11	102	—	Si、H	C
	103	—	Si、H、N、O	B
	104	—	Si、C、H	B
	105	Si、N、H	—	B
	106	Si、N、H	Si、H、N、O	A

【 0 1 4 6】

実施例 1 1 で作製された成膜条件 No . 1 0 2 ~ 1 0 6 に関しては、光導電層、中間層および表面層の形成条件は同じである。これら電子写真感光体の  $D_P$ 、 $H_{P1}$ 、 $H_{P2}$ 、

10

20

30

40

50

$H_{pmax}$ 、 $C_M$ 、 $H_M$ 、 $D_M$ 、 $C_S$ 、 $H_S$ 、 $D_S$  は同じ値となり、その結果をまとめて表 38 に示した。この成膜条件 No. 102 ~ 106 に関して、膜剥がれ、高湿流れ、耐摩耗性、帯電能、感度、圧傷およびゴーストの評価を行ったところ、同等の結果が確認された。

また、表 38 より、基体と光導電層の間に C、N、および O のうち少なくとも 1 種の原子を含有させた電荷注入阻止層を形成することにより、画像欠陥が低減することが確認できた。また、基体と光導電層の間に水素化アモルファス SiN で構成された密着層を形成することでも画像欠陥が低減することが確認できた。さらに、基体と光導電層の間に水素化アモルファス SiN で構成された密着層と、C、N、または O の少なくとも 1 種の原子を含有させた電荷注入阻止層とを順次形成することにより、さらに画像欠陥が低減することが確認できた。

【0147】

【表 39】

	成膜 条件 No.	光導電層							表面層					式(1)	式(2)	式(3)	膜剥がれ		高湿 流れ	耐摩 耗性	帯電 能	感度	圧傷	ゴース ト	画像 欠陥	
		第1光導電領域			第2光導電領域			HP	CS	HS	DS	層厚	界面				破壊									
		DP	HP1	B (ppm)	DP	HP2	B (ppm)																			
実施 例12	107	4.22	0.31	0.5	4.28	0.31	0.5	0.31	0.75	0.36	7.16	3.0	0.12	0.31	0.16	A	A	A	A	A	A	A	A	A	B	B
	108	4.37	0.26	0.5	4.60	0.17	0.5	0.31	0.75	0.36	7.16	3.0	0.12	0.31	0.16	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	B
	109	4.22	0.31	0.5	4.52	0.21	0.5	0.31	0.75	0.36	7.16	3.0	0.12	0.31	0.16	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	B
	110	4.52	0.21	0.5	4.22	0.31	0.5	0.31	0.75	0.36	7.16	3.0	0.12	0.31	0.16	A	A	A	A	A	A	A	A	A	B	B
	111	4.22	0.31	0.5	4.33	0.27	0.5	0.31	0.75	0.36	7.16	3.0	0.12	0.31	0.16	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A	B

【0148】

実施例 12 で作製された成膜条件 No. 107 ~ 111 に関しては、中間層の形成条件は同じであり、これら電子写真感光体の  $C_M$  は 0.49、 $H_M$  は 0.35、 $D_M$  は 6.5 および中間層の層厚 0.8  $\mu\text{m}$  であった。

成膜条件 No. 108 に関して、二次イオン質量分析法（アルバック・ファイ製：Model 6650）を用いて光導電層中の H 原子密度の層厚方向分布を確認した。その結果、光導電層の基体側から中間層側に向かって H 原子密度が連続的に減少していることが確認された。さらに、成膜条件 No. 108 の電子写真感光体を最表面から研磨し、光導電層の層厚が 0.5  $\mu\text{m}$ 、7  $\mu\text{m}$ 、14  $\mu\text{m}$ 、20  $\mu\text{m}$ 、26  $\mu\text{m}$ 、33  $\mu\text{m}$  および 40  $\mu\text{m}$  となる 7 種類のサンプルを作製した。そして、上述した  $H/(Si+C+H)$  の測定と同様に上述の光導電層の層厚での  $H/(Si+H)$  を測定した。そして、上述の光導電層の層厚での H 原子密度および  $H/(Si+H)$  より Si 原子密度を算出した。その結果、成膜条件 No. 108 での光導電層の最も基体側はサンプル条件 No. P9、光導電層の層厚 20  $\mu\text{m}$  ではサンプル条件 No. P6、光導電層の最も中間層側はサンプル条件 No. P3 と同じ a-Si 膜が形成されていることが確認できた。また、光導電層の基体側から 20  $\mu\text{m}$  および 20  $\mu\text{m}$  から 40  $\mu\text{m}$  の間の領域では、Si 原子密度および  $H/(Si+H)$  が直線的に変化していることが確認できた。そして、これら結果より算出した第 1 光導電領域での  $D_P$ 、 $H_{P1}$ 、第 2 光導電領域での  $D_P$ 、 $H_{P2}$  および  $H_{pmax}$  を表 39 に示している。

【0149】

また、成膜条件 No. 109、110 に関して、成膜条件 No. 108 と同様に光導電層中の H 原子密度の層厚方向分布を確認した。その結果、光導電層の基体側から 20  $\mu\text{m}$  までの間および 20  $\mu\text{m}$  から 40  $\mu\text{m}$  の間で、光導電層中の H 原子密度の層厚方向分布が一定であることが確認できた。さらに、成膜条件 No. 108 と同様に、光導電層の層厚が 10  $\mu\text{m}$  および 30  $\mu\text{m}$  での  $H/(Si+H)$  を測定し、光導電層の層厚が 10  $\mu\text{m}$  および 30  $\mu\text{m}$  での H 原子密度および  $H/(Si+H)$  より Si 原子密度を算出した。その結果、成膜条件 No. 109 での光導電層の基体側から 20  $\mu\text{m}$  の間の領域と成膜条件 No. 110 での光導電層の基体側から 20  $\mu\text{m}$  から 40  $\mu\text{m}$  の間の領域は、サンプル条件 No. P9 と同じ a-Si 膜が形成されていることが確認できた。また、成膜条件 No.



109での光導電層の基体側から20  $\mu\text{m}$ から40  $\mu\text{m}$ の間の領域と成膜条件No. 110での光導電層の基体側から20  $\mu\text{m}$ の間の領域は、サンプル条件No. P6と同じa-Si膜が形成されていることが確認できた。そして、これら結果より算出した第1光導電領域での $D_p$ 、 $H_{p1}$ 、第2光導電領域での $D_p$ 、 $H_{p2}$ および $H_{pmax}$ を表39に示している。

#### 【0150】

さらに、成膜条件No. 111に関して、成膜条件No. 108と同様に光導電層中のH原子密度の層厚方向分布を確認した。その結果、光導電層の基体から35  $\mu\text{m}$ までの間と35  $\mu\text{m}$ から40  $\mu\text{m}$ の間では、光導電層中のH原子密度の層厚方向分布が一定であることが確認できた。さらに、成膜条件No. 109と同様に、光導電層の層厚が10  $\mu\text{m}$ および37  $\mu\text{m}$ での $H/(Si+H)$ を測定し、光導電層の層厚が10  $\mu\text{m}$ および30  $\mu\text{m}$ でのH原子密度および $H/(Si+H)$ よりSi原子密度を算出した。その結果、成膜条件No. 111での光導電層の基体側から35  $\mu\text{m}$ の間の領域はサンプル条件No. P9と、35  $\mu\text{m}$ から40  $\mu\text{m}$ の間の領域とサンプル条件No. P4と同じa-Si膜が形成されていることが確認できた。そして、これら結果より算出した第1光導電領域での $D_p$ 、 $H_{p1}$ 、第2光導電領域での $D_p$ 、 $H_{p2}$ および $H_{pmax}$ を表39に示している。

#### 【0151】

表39の結果より、光導電層中でSi原子密度および $H/(Si+H)$ が変化している場合であっても、以下の条件を満たせば、膜剥がれが抑制されることが確認できた。

以下の条件とは、次のとおりである。光導電層の層厚方向中央位置より中間層側での $H/(Si+H)$ の平均値を $H_{p2}$ としたとき、 $H_{p2}$ が前記数式(1)を満たし、 $H_{pmax}$ が前記数式(2)を満たす。

また、表39の結果より、光導電層の層厚方向中央位置より基体側の $H_{p1}$ よりも層厚方向中央位置より中間層側の $H_{p2}$ を小さくすることにより、帯電特性を維持しつつゴーストが良好となることが確認できた。

#### 【符号の説明】

#### 【0152】

- 1000 電子写真感光体
- 1001 基体
- 1002 表面層
- 1003 中間層
- 1004 光導電層
- 1005 電荷注入阻止層
- 1006 密着層

10

20

30



## フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
G 0 3 G 5/08 3 3 5

(74)代理人 100134393  
弁理士 木村 克彦  
(74)代理人 100174230  
弁理士 田中 尚文  
(72)発明者 小澤 智仁  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
(72)発明者 田澤 大介  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
(72)発明者 秋山 和敬  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
(72)発明者 西村 悠  
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

審査官 石附 直弥

(56)参考文献 特開平06-250425(JP,A)  
特開2010-049241(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
G 0 3 G 5 / 0 0 - 5 / 1 6