

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載  
 【部門区分】第 6 部門第 2 区分  
 【発行日】平成 17 年 8 月 18 日 (2005.8.18)

【公開番号】特開 2003-149841 (P2003-149841A)  
 【公開日】平成 15 年 5 月 21 日 (2003.5.21)  
 【出願番号】特願 2002-20492 (P2002-20492)  
 【国際特許分類第 7 版】

G 0 3 G 5/08

【 F I 】

G 0 3 G 5/08 3 6 0

G 0 3 G 5/08 3 0 8

G 0 3 G 5/08 3 1 2

【手続補正書】  
 【提出日】平成 17 年 1 月 28 日 (2005.1.28)  
 【手続補正 1】  
 【補正対象書類名】明細書  
 【補正対象項目名】特許請求の範囲  
 【補正方法】変更  
 【補正の内容】  
 【特許請求の範囲】  
 【請求項 1】

円筒状基体と、少なくとも非単結晶材料からなる第一の層および非単結晶材料からなる第二の層とを有する電子写真用感光体の製造方法であって、

導電性の表面を有する前記円筒状基体を、排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内に設置し、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、該円筒状基体の表面上に、少なくともシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる光導電層を堆積し、該光導電層上に、少なくともシリコン原子を母材とし、炭素、酸素、窒素原子からなる群から選択される少なくとも 1 つの原子を含有する非単結晶材料からなる中間層を堆積し、前記光導電層上に堆積された中間層と前記光導電層とで構成される前記第一の層を堆積する第一の工程と、

前記第一の層を堆積した前記円筒状基体を、大気圧下に曝す処理を施す第二の工程と、前記第二の工程の処理を施した前記円筒状基体に対して、排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内において、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、更に少なくとも非単結晶材料からなる前記第二の層を堆積する第三の工程とを有することを特徴とする電子写真用感光体の製造方法。

【請求項 2】

前記第二の工程は、第一の層を堆積した前記円筒状基体を、第一の工程で用いた前記堆積室から取り出す工程を含むことを特徴とする請求項 1 に記載の電子写真用感光体の製造方法。

【請求項 3】

前記第三の工程では、少なくとも炭素原子を母材とする非単結晶材料からなる第二の層を堆積させることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の電子写真用感光体の製造方法。

【請求項 4】

前記第三の工程は、前記第二の層の堆積に先立ち、前記第二の層に対して円筒状基体側に、少なくともシリコン原子を母材とし、炭素、酸素、窒素原子からなる群から選択される少なくとも 1 つの原子を含有する非単結晶材料からなる層を形成する工程を有することを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の電子写真用感光体の製造方法。

**【請求項 5】**

前記第一の工程における、第一の層堆積時に設定する前記円筒状基体の温度と、前記第三の工程における、第二の層堆積時に設定する前記円筒状基体の温度とを、異なる温度に選択することを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の電子写真用感光体の製造方法。

**【請求項 6】**

前記第一の工程における、第一の層堆積時に設定する前記円筒状基体の温度を、200 ~ 450 の範囲に選択することを特徴とする請求項 5 に記載の電子写真用感光体の製造方法。

**【請求項 7】**

前記第三の工程における、第二の層堆積時に設定する前記円筒状基体の温度を、20 ~ 150 の範囲に選択することを特徴とする請求項 5 または 6 に記載の電子写真用感光体の製造方法。

**【請求項 8】**

前記第三の工程における、第二の層堆積時に設定する前記円筒状基体の温度を、室温に選択することを特徴とする請求項 7 に記載の電子写真用感光体の製造方法。

**【請求項 9】**

前記第二の工程における、第一の層を堆積した前記円筒状基体を大気圧下に曝す処理は、大気圧下に 30 分間以上放置する工程を有することを特徴とする請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の電子写真用感光体の製造方法。

**【請求項 10】**

前記第二の工程は、第一の層を堆積した前記円筒状基体の検査を行う工程を有することを特徴とする請求項 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載の電子写真用感光体の製造方法。

**【請求項 11】**

第二の工程で行う前記検査は、外観検査を含むことを特徴とする請求項 10 に記載の電子写真用感光体の製造方法。

**【請求項 12】**

第二の工程で行う前記検査において、前記第一の層を堆積した円筒状基体に対して、その表面にオゾンを接触させる工程を有することを特徴とする請求項 10 に記載の電子写真用感光体の製造方法。

**【請求項 13】**

第二の工程で行う前記検査は、前記第一の層を堆積した円筒状基体を用いて形成する画像の検査を含むことを特徴とする請求項 10 ~ 12 のいずれか 1 項に記載の電子写真用感光体の製造方法。

**【請求項 14】**

第二の工程で行う前記検査は、前記第一の層を堆積した円筒状基体の電気特性の検査を含むことを特徴とする請求項 10 ~ 13 のいずれか 1 項に記載の電子写真用感光体の製造方法。

**【請求項 15】**

前記第二の工程は、第一の層を堆積した前記円筒状基体に対して、その表面に水を接触させる工程を有することを特徴とする請求項 1 ~ 14 のいずれか 1 項に記載の電子写真用感光体の製造方法。

**【請求項 16】**

前記表面に水を接触させる工程は、洗浄を含むことを特徴とする請求項 15 に記載の電子写真用感光体の製造方法。

**【請求項 17】**

前記第三の工程においては、

前記第一の層を堆積した円筒状基体に対して、その堆積層の最表面をエッチングした後、少なくとも非単結晶材料からなる前記第二の層を堆積することを特徴とする請求項 1 ~ 16 のいずれか 1 項に記載の電子写真用感光体の製造方法。

## 【請求項 18】

請求項 1 ~ 17 のいずれか 1 項に記載の製造方法によって製造される電子写真用感光体。

## 【請求項 19】

円筒状基体と、少なくとも非単結晶材料からなる第一の層および非単結晶材料からなる第二の層とを具えてなる電子写真用感光体を利用する電子写真装置であって、

前記電子写真用感光体は、請求項 18 に記載の電子写真用感光体であることを特徴とする電子写真装置。

## 【請求項 20】

導電性材料からなる円筒状基体と、

前記円筒状基体上に少なくともシリコン原子を含む原料ガスを用いて堆積された、少なくともシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる光導電層と、

前記光導電層上に堆積された少なくともシリコン原子を母材とし、炭素、酸素、窒素原子からなる群から選択される少なくとも 1 つの原子を含有する非単結晶材料からなる中間層と、

前記中間層上に堆積された非単結晶材料からなる表面保護層とを具えてなる電子写真用感光体であって、

前記光導電層上に堆積された前記中間層を具えてなる前記光導電層は、排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内において、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、前記円筒状基体上に堆積せしめた非単結晶材料からなり、前記光導電層上への前記中間層堆積後、その堆積膜表面に加工を施してなる表面を有する層であり、

前記表面保護層は、前記加工を施してなる表面を有する前記中間層を具えてなる前記光導電層上に、排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内において、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、前記光導電層上に堆積せしめた非単結晶材料からなる層であることを特徴とする電子写真用感光体。

## 【請求項 21】

前記光導電層上への中間層堆積後、その堆積膜表面に施される加工が、該非単結晶材料からなる層の堆積後、その表面に存在していた突起部の頭頂部の除去を図る加工であることを特徴とする請求項 20 に記載の電子写真用感光体。

## 【請求項 22】

前記光導電層上への中間層堆積後、その堆積膜表面に施される加工が、研磨であることを特徴とする請求項 21 に記載の電子写真用感光体。

## 【請求項 23】

前記光導電層上に堆積された前記中間層を具えてなる前記光導電層層は、非単結晶材料からなる前記中間層の前記光導電層上への堆積後、研磨により、その表面に存在していた突起の平坦化がなされた表面を有することを特徴とする請求項 20 に記載の電子写真用感光体。

## 【請求項 24】

研磨は、非単結晶材料からなる前記中間層の前記光導電層上への堆積後、その表面に研磨テープを弾性ゴムローラを用いて当接させ、前記円筒状基体とともに回転される堆積膜表面の回転移動速度と、前記研磨テープを当接させる弾性ゴムローラの回転移動速度との間に、相対的な速度差を設けることによりなされたものであることを特徴とする請求項 22 または 23 に記載の電子写真用感光体。

## 【請求項 25】

表面への加工が、大気中においてなされていることを特徴とする請求項 20 ~ 24 のいずれか 1 項に記載の電子写真用感光体。

## 【請求項 26】

表面への加工中、または、加工後、少なくとも前記光導電層上に堆積された前記中間層を具えてなる前記光導電層層に対して、該加工対象である、非単結晶材料からなる層の表面を水と接触させ、洗浄する処理が施されていることを特徴とする請求項 22 ~ 25 のい

ずれか 1 項に記載の電子写真用感光体。

【請求項 27】

導電性材料からなる円筒状基体と、

前記円筒状基体上に少なくともシリコン原子を含む原料ガスを用いて堆積された、少なくともシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる光導電層と、

前記光導電層上に堆積された少なくとも炭素原子ならびにシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる中間層と、

前記中間層上に堆積された非単結晶材料からなる表面保護層とを具備する電子写真用感光体の製造方法であって、

排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内において、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、前記円筒状基体上に、非単結晶材料からなる前記光導電層、前記光導電層上に、非単結晶材料からなる中間層を、それぞれ所定の膜厚に堆積する第一の工程と、

前記第一の工程で形成された堆積膜の表面に加工を施す第二の工程と、

排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内において、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、前記第二の工程で加工を施された前記中間層の表面上に、非単結晶材料からなる前記表面保護層を所定の膜厚に堆積する第三の工程とを有することを特徴とする電子写真用感光体の製造方法。

【請求項 28】

第二の工程において、前記第一の工程で形成された堆積膜の表面に施す加工が、前記第一の工程において堆積された堆積膜表面の、少なくとも突起の頭頂部の除去を図る加工であることを特徴とする請求項 27 に記載の電子写真用感光体の製造方法。

【請求項 29】

第二の工程において、前記第一の工程で形成された堆積膜の表面に施す加工が、研磨加工であることを特徴とする請求項 28 に記載の電子写真用感光体の製造方法。

【請求項 30】

研磨加工は、前記第一の工程において堆積された堆積膜表面の突起を研磨し、表面の平坦化を行うものであることを特徴とする請求項 29 に記載の電子写真用感光体の製造方法。

【請求項 31】

研磨加工が、前記第一の工程において堆積された堆積膜表面に、研磨テープを弾性ゴムローラを用いて当接させ、前記円筒状基体とともに回転される堆積膜表面の回転移動速度と、前記研磨テープを当接させる弾性ゴムローラの回転移動速度との間に、相対的な速度差を設けることによりなされることを特徴とする請求項 29 または 30 に記載の電子写真用感光体の製造方法。

【請求項 32】

第二の工程において、表面への加工が大気中でなされることを特徴とする請求項 27 ~ 31 のいずれか 1 項に記載の電子写真用感光体の製造方法。

【請求項 33】

第二の工程において、表面への加工とともに、加工されている表面を水と接触させ、洗浄する処理を施す、あるいは、第二の工程後、第三の工程前に、加工された表面を水と接触させ、洗浄する処理を施すことを特徴とする請求項 27 ~ 32 のいずれか 1 項に記載の電子写真用感光体の製造方法。

【請求項 34】

円筒状基体と、

前記円筒状基体上に少なくともシリコン原子を含む原料ガスを用いて堆積された、少なくともシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる光導電層と、

前記光導電層上に堆積された少なくとも炭素原子ならびにシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる中間層と、

前記中間層上に堆積された非単結晶材料からなる表面保護層とを具備する感光体を用

いる電子写真装置であって、

前記感光体は、

前記円筒状基体は、導電性材料からなる円筒状基体であり、

前記光導電層上に堆積された前記中間層を具えてなる前記光導電層は、排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内において、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、前記円筒状基体上に堆積せしめた非単結晶材料からなり、前記光導電層上への前記中間層の堆積後、その堆積膜表面に加工を施し、その表面に存在していた突起の頭頂部の除去がなされた表面を有する層であり、

前記表面保護層は、前記加工を施してなる表面を有する前記中間層を具えてなる前記光導電層上に、排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内において、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、前記光導電層上に堆積せしめた非単結晶材料からなる層である構成を有することを特徴とする電子写真装置。

【請求項 3 5】

感光体を構成する前記光導電層上に堆積された前記中間層を具えてなる前記光導電層に対して、前記中間層の前記光導電層上への堆積後、その堆積膜表面に施される加工が、研磨加工であることを特徴とする請求項 3 4 に記載の電子写真装置。

【請求項 3 6】

感光体を構成する前記光導電層上に堆積された前記中間層を具えてなる前記光導電層に対して、前記中間層の前記光導電層上への堆積後、その表面に施される研磨加工が、非単結晶材料からなる前記中間層の堆積後、その表面に研磨テープを弾性ゴムローラを用いて当接させ、前記円筒状基体とともに回転される堆積膜表面の回転移動速度と、前記研磨テープを当接させる弾性ゴムローラの回転移動速度との間に、相対的な速度差を設けることによりなされたものであることを特徴とする請求項 3 5 に記載の電子写真装置。

【請求項 3 7】

感光体を構成する前記光導電層上に堆積された前記中間層を具えてなる前記光導電層に対して、前記中間層の前記光導電層上への堆積後、その堆積膜表面に施される研磨加工が、大気中においてなされていることを特徴とする請求項 3 5 に記載の電子写真装置。

【請求項 3 8】

前記中間層を前記光導電層上へ堆積後、その堆積膜表面への研磨加工中、または、研磨加工後、少なくとも前記表面を水と接触させ、洗浄する処理が施されていることを特徴とする請求項 3 5 に記載の電子写真装置。

【請求項 3 9】

前記電子写真用感光体の表面保護層は、少なくとも炭素原子を含む原料ガスを用いて堆積される、少なくとも炭素原子を母材とする非単結晶材料からなる層であることを特徴とする請求項 2 0 に記載の電子写真用感光体。

【請求項 4 0】

前記第三の工程において、少なくとも炭素原子を含む原料ガスを用いて、少なくとも炭素原子を母材とする非単結晶材料からなる表面保護層を堆積することを特徴とする請求項 2 7 に記載の電子写真用感光体の製造方法。

【請求項 4 1】

前記感光体の表面保護層は、少なくとも炭素原子を含む原料ガスを用いて堆積される、少なくとも炭素原子を母材とする非単結晶材料からなる層であることを特徴とする請求項 3 4 に記載の電子写真装置。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 1 9

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 1 9】

そこで、本発明者らは、減圧状態を維持したまま、光導電層の a - S i 膜から表面層の

a - C 膜までを連続的に成膜するという発想に代えて、光導電層の a - S i 膜と中間層を成膜した後、一旦、基体を堆積室から取り出し、大気圧下に曝して、冷却した後、再び堆積室に投入して、表面層の a - C 膜を成膜するというプロセスを考えた。堆積室は、光導電層の a - S i 膜と中間層を成膜した基体を取り出し後、例えば、堆積に使用した堆積室内部の浄化を行うため、ドライエッチングによるクリーニングを実施するなど、直ちに、次の工程を実施することで、時間ロスなく、製造工程に供することができるようになる。一方、堆積室から取り出した基体は、大気圧下で熱伝導によって、効率的に自然冷却後、再び堆積室に戻し、a - C 膜を成膜することにより、最適な室温 ~ 150 程度の低い基体温度で a - C 膜の成膜を行うことができる。このサイクルは、感光体作製の 1 本毎に行っても、十分な効果があるが、さらには、複数本まとめて行ってもよい。例えば、光導電層の a - S i 膜と中間層を成膜した基体を、ある程度の本数、作り溜めておき、その後、その複数本に対して、連続して表面層の a - C 膜を成膜してもよい。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0020

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0020】

本発明者らは、前記の工程を採用すると、副次的メリットとして、光導電層の a - S i 膜と中間層を成膜した基体を堆積室から取り出した際、大気圧下において、種々の検査が行うことも可能となることも見出した。かかる検査としては、例えば、外観検査によって剥がれや球状突起による不良をチェックすることができる。また、該感光体構成が、光導電層と表面層の間に中間層を設ける構成である点を利用し、光導電層と中間層を形成した状態での検査として、場合によっては、画像検査や電位特性検査を行うこともできる。これらの検査において不良が見つかった場合、不良品については、以降の工程、表面層の a - C 膜の成膜を取りやめることができるため、さらに、堆積室の効率的な利用を図り、あるいは、不必要な原料ガスの消費を防ぐことができ、製造ライン全体として、不要なコストのさらなる削減が可能となるというメリットが生じる。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0021

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0021】

なお、本発明者らは、光導電層の a - S i 膜と中間層を成膜した基体を堆積室から取り出し、大気圧下にその表面を曝した後、表面層の a - C 膜を成膜した場合の影響については、大気圧下に表面を曝さず、連続成膜を行った場合と、電気特性、画像特性に関して、特に差は見られなかった。また、表面層の密着性においても実用上問題となる弊害は見られなかった。しかし、特に、大気圧下に表面を曝す間に、画像検査や電位特性検査を行う、あるいは、コロナ帯電に伴い、堆積膜表面がオゾンと接触した場合には、表面層の密着性をより上げることを目的として、表面層の成膜前に、大気圧下に曝された表面に水による洗浄を施すことが好ましいことを見出した。あるいは、水による洗浄以外の方法としては、表面層成膜前に、大気圧下に曝された表面にフッ素などのガスにより軽くエッチングを施すことも好ましいことを見出した。さらに、両者の処理を組み合わせることも、表面層の密着性向上という面で、より好ましい効果を発揮することを見出した。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正の内容】

## 【 0 0 2 7 】

すなわち、本発明の第一の形態にかかる電子写真用感光体の製造方法は、

円筒状基体と、少なくとも非単結晶材料からなる第一の層および非単結晶材料からなる第二の層とを具えてなる電子写真用感光体の製造方法であって、

導電性の表面を有する前記円筒状基体を、排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内に設置し、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、該円筒状基体の表面上に、少なくともシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる光導電層を堆積し、該光導電層上に、少なくともシリコン原子を母材とし、炭素、酸素、窒素原子からなる群から選択される少なくとも1つの原子を含有する非単結晶材料からなる中間層を堆積し、前記光導電層上に堆積された中間層と前記光導電層とで構成される前記第一の層を堆積する第一の工程と、

前記第一の層を堆積した前記円筒状基体を、大気圧下に曝す処理を施す第二の工程と、

前記第二の工程の処理を施した前記円筒状基体に対して、排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内において、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、更に少なくとも非単結晶材料からなる前記第二の層を堆積する第三の工程とを有することを特徴とする電子写真用感光体の製造方法である。なお、前記第二の工程は、第一の層を堆積した前記円筒状基体を、第一の工程で用いた前記堆積室から取り出す工程を含むことができる。

## 【 手 続 補 正 6 】

【 補 正 対 象 書 類 名 】 明 細 書

【 補 正 対 象 項 目 名 】 0 0 2 8

【 補 正 方 法 】 変 更

【 補 正 の 内 容 】

## 【 0 0 2 8 】

一方、前記第三の工程では、少なくとも炭素原子を母材とする非単結晶材料からなる第二の層を堆積させることを特徴とする電子写真用感光体の製造方法とすることが好ましい。

## 【 手 続 補 正 7 】

【 補 正 対 象 書 類 名 】 明 細 書

【 補 正 対 象 項 目 名 】 0 0 2 9

【 補 正 方 法 】 変 更

【 補 正 の 内 容 】

## 【 0 0 2 9 】

すなわち、前記第一の工程は、前記少なくともシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる光導電層を堆積した後、

前記光導電層の表面側に設ける中間層として、少なくともシリコン原子を母材とし、炭素、酸素、窒素原子からなる群から選択される少なくとも1つの原子を含有する非単結晶材料からなる層を形成する工程を有する構成を採用する。

## 【 手 続 補 正 8 】

【 補 正 対 象 書 類 名 】 明 細 書

【 補 正 対 象 項 目 名 】 0 0 3 0

【 補 正 方 法 】 変 更

【 補 正 の 内 容 】

## 【 0 0 3 0 】

加えて、前記第三の工程において、前記第二の層の堆積に先立ち、

前記第二の層に対して円筒状基体側に、少なくともシリコン原子を母材とし、炭素、酸素、窒素原子からなる群から選択される少なくとも1つの原子を含有する非単結晶材料からなる層を形成する工程を有することもできる。

## 【 手 続 補 正 9 】

【 補 正 対 象 書 類 名 】 明 細 書

【補正対象項目名】 0 0 3 1

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 3 1 】

また、本発明の第一の形態にかかる電子写真用感光体の製造方法では、

前記第一の工程における、第一の層堆積時に設定する前記円筒状基体の温度と、前記第三の工程における、第二の層堆積時に設定する前記円筒状基体の温度とを、異なる温度に選択することを特徴とする電子写真用感光体の製造方法であってもよい。その際、前記第一の工程における、第一の層堆積時に設定する前記円筒状基体の温度を、200 ～ 450 の範囲に選択することが好ましい。一方、前記第三の工程における、第二の層堆積時に設定する前記円筒状基体の温度を、20 ～ 150 の範囲に選択することが好ましい。特に、前記第三の工程における、第二の層堆積時に設定する前記円筒状基体の温度を、室温に選択することがより好ましい。

【手続補正 1 0】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 0 3 4

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 3 4 】

さらには、上記の本発明の第一の形態は、電子写真用感光体の発明、ならびに、電子写真装置の発明をも提供し、

すなわち、本発明の第一の形態にかかる電子写真用感光体は、上述する本発明の第一の形態にかかる製造方法のいずれか 1 つの方法によって製造される電子写真用感光体であり、

また、本発明の第一の形態にかかる電子写真装置は、

円筒状基体と、少なくとも非単結晶材料からなる第一の層および非単結晶材料からなる第二の層とを具えてなる電子写真用感光体を利用する電子写真装置であって、

前記電子写真用感光体は、上記の電子写真用感光体であることを特徴とする電子写真装置である。

【手続補正 1 1】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 0 3 5

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 3 5 】

さらに、本発明の更なる形態にかかる電子写真用感光体は、

導電性材料からなる円筒状基体と、

前記円筒状基体上に少なくともシリコン原子を含む原料ガスを用いて堆積された、少なくともシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる光導電層と、

前記光導電層上に堆積された少なくともシリコン原子を母材とし、炭素、酸素、窒素原子からなる群から選択される少なくとも 1 つの原子を含有する非単結晶材料からなる中間層と、

前記中間層上に堆積された非単結晶材料からなる表面保護層とを具えてなる電子写真用感光体であって、

前記光導電層上に堆積された前記中間層を具えてなる前記光導電層は、排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内において、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、前記円筒状基体上に堆積せしめた非単結晶材料からなり、前記光導電層上への前記中間層堆積後、その堆積膜表面に加工を施してなる表面を有する層であり、

前記表面保護層は、前記加工を施してなる表面を有する前記中間層を具えてなる前記光導電層上に、排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内において、少



なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、前記光導電層上に堆積せしめた非単結晶材料からなる層であることを特徴とする電子写真用感光体である。

その際、光導電層上への中間層堆積後、その堆積膜表面に施される加工が、該非単結晶材料からなる層の堆積後、その表面に存在していた突起部の頭頂部の除去を図る加工であることが好ましい。加えて、光導電層上への中間層堆積後、その堆積膜表面に施される加工が、研磨であることがより好ましい。

【手続補正 1 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 3 6

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 3 6】

従って、本発明の更なる形態にかかる電子写真用感光体においては、

前記光導電層上に堆積された前記中間層を具えてなる前記光導電層層は、非単結晶材料からなる前記中間層の前記光導電層上への堆積後、研磨により、その表面に存在していた突起の平坦化がなされた表面を有することを特徴とする電子写真用感光体とすることが好ましい。例えば、研磨は、非単結晶材料からなる前記中間層の前記光導電層上への堆積後、その表面に研磨テープを弾性ゴムローラを用いて当接させ、前記円筒状基体とともに回転される堆積膜表面の回転移動速度と、前記研磨テープを当接させる弾性ゴムローラの回転移動速度との間に、相対的な速度差を設けることによりなされたものであることができる。

【手続補正 1 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 3 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 3 7】

加えて、本発明の更なる形態にかかる電子写真用感光体においては、

表面への加工が、大気中においてなされていることを特徴とする電子写真用感光体であってもよい。さらには、表面への加工中、または、加工後、少なくとも前記光導電層上に堆積された前記中間層を具えてなる前記光導電層層に対して、該加工対象である、非単結晶材料からなる層の表面を水と接触させ、洗浄する処理が施されていることが好ましい。

【手続補正 1 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 3 8

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 3 8】

また、本発明の更なる形態にかかる電子写真用感光体の製造方法は、

導電性材料からなる円筒状基体と、

前記円筒状基体上に少なくともシリコン原子を含む原料ガスを用いて堆積された、少なくともシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる光導電層と、

前記光導電層上に堆積された少なくとも炭素原子ならびにシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる中間層と、

前記中間層上に堆積された非単結晶材料からなる表面保護層とを具えてなる電子写真用感光体の製造方法であって、

排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内において、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、前記円筒状基体上に、非単結晶材料からなる前記光導電層、前記光導電層上に、非単結晶材料からなる中間層を、それぞれ所定の膜厚に堆積する第一の工程と、

前記第一の工程で形成された堆積膜の表面に加工を施す第二の工程と、

排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内において、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、前記第二の工程で加工を施された前記中間層の表面上に、非単結晶材料からなる前記表面保護層を所定の膜厚に堆積する第三の工程とを有することを特徴とする電子写真用感光体の製造方法である。その際、第二の工程において、前記第一の工程で形成された堆積膜の表面に施す加工が、前記第一の工程において堆積された堆積膜表面の、少なくとも突起の頭頂部の除去を図る加工であることが好ましい。例えば、第二の工程において、前記第一の工程で形成された堆積膜の表面に施す加工が、研磨加工であることがより好ましい。その際、研磨加工は、前記第一の工程において堆積された堆積膜表面の突起を研磨し、表面の平坦化を行うものであることが好ましい。

【手続補正 15】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0041

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0041】

本発明の更なる形態は、上記の電子写真用感光体を利用する電子写真装置の発明をも提供し、すなわち、本発明の更なる形態にかかる電子写真装置は、

円筒状基体と、

前記円筒状基体上に少なくともシリコン原子を含む原料ガスを用いて堆積された、少なくともシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる光導電層と、

前記光導電層上に堆積された少なくとも炭素原子ならびにシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる中間層と、

前記中間層上に堆積された非単結晶材料からなる表面保護層とを具備する感光体を用いる電子写真装置であって、

前記感光体は、

前記円筒状基体は、導電性材料からなる円筒状基体であり、

前記光導電層上に堆積された前記中間層を具備する前記光導電層は、排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内において、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、前記円筒状基体上に堆積せしめた非単結晶材料からなり、前記光導電層上への前記中間層の堆積後、その堆積膜表面に加工を施し、その表面に存在していた突起の頭頂部の除去がなされた表面を有する層であり、

前記表面保護層は、前記加工を施してなる表面を有する前記中間層を具備する前記光導電層上に、排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内において、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、前記光導電層上に堆積せしめた非単結晶材料からなる層である構成を有することを特徴とする電子写真装置である。その際、感光体を構成する前記光導電層上に堆積された前記中間層を具備する前記光導電層に対して、前記中間層の前記光導電層上への堆積後、その堆積膜表面に施される加工が、研磨加工であることが好ましい。

【手続補正 16】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0042

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0042】

例えば、感光体を構成する前記光導電層上に堆積された前記中間層を具備する前記光導電層に対して、前記中間層の前記光導電層上への堆積後、その表面に施される研磨加工が、非単結晶材料からなる前記中間層の堆積後、その表面に研磨テープを弾性ゴムローラを用いて当接させ、前記円筒状基体とともに回転される堆積膜表面の回転移動速度と、前記研磨テープを当接させる弾性ゴムローラの回転移動速度との間に、相対的な速度差を設

けることによりなされたものであることができる。なお、感光体を構成する前記光導電層上に堆積された前記中間層を具えてなる前記光導電層に対して、前記中間層の前記光導電層上への堆積後、その堆積膜表面に施される研磨加工が、大気中においてなされていることができる。

【手続補正 17】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0043

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0043】

加えて、本発明の更なる形態にかかる電子写真装置では、前記中間層を前記光導電層上へ堆積後、その堆積膜表面への研磨加工中、または、研磨加工後、少なくとも前記表面を水と接触させ、洗浄する処理が施されていることが好ましい。

【手続補正 18】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0044

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0044】

さらには、前記光導電層は、少なくともシリコン原子を含む原料ガスを用いて堆積される、少なくともシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる層であり、その光導電層上に堆積される中間層として、少なくとも炭素原子ならびにシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる層を採用している。

【手続補正 19】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0045

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0045】

一方、前記電子写真用感光体の表面保護層は、少なくとも炭素原子を含む原料ガスを用いて堆積される、少なくとも炭素原子を母材とする非単結晶材料からなる層であることが好ましい。

【手続補正 20】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0048

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0048】

従って、上述する本発明の更なる形態にかかる電子写真用感光体では、前記電子写真用感光体は、前記円筒状基体上に、少なくともシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる光導電層を堆積した後、更に、排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内において、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、堆積せしめた少なくとも炭素原子ならびにシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる中間層を設け、前記中間層の堆積後、その堆積膜表面に加工を施してなる表面を有しており、

前記電子写真用感光体の表面保護層は、前記加工を施してなる表面上に堆積せしめた前記少なくとも炭素原子を母材とする非単結晶材料からなる層であることを特徴とする電子写真用感光体とすることができる。

【手続補正 21】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0049

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0049】

対応して、上述する本発明の更なる形態にかかる電子写真用感光体の製造方法では、  
前記第一の工程において、少なくともシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる前記光導電層の堆積に引き続き、更に少なくとも排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内において、原料ガスを高周波電力により分解し、少なくとも炭素原子ならびにシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる中間層を堆積せしめ、

前記第二の工程では、前記中間層が更に堆積せしめられた堆積膜の表面に加工を施し、

前記第三の工程では、前記第二の工程で加工を施された前記堆積膜の表面上に、少なくとも炭素原子を母材とする非単結晶材料からなる前記表面保護層を堆積することを特徴とする電子写真用感光体の製造方法とすることができる。

【手続補正22】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0050

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0050】

また、対応させて、上述の本発明の更なる形態にかかる電子写真装置では、

前記感光体は、前記円筒状基体上に、少なくともシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる光導電層を堆積した後、更に、排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内において、少なくとも原料ガスを高周波電力により分解し、堆積せしめた少なくとも炭素原子ならびにシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる中間層を設け、前記中間層の堆積後、その堆積膜表面に加工を施してなる表面を有しており、

前記感光体の表面保護層は、前記加工を施してなる表面上に堆積せしめた前記少なくとも炭素原子を母材とする非単結晶材料からなる層であることを特徴とする電子写真装置とすることができる。

【手続補正23】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0051

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0051】

その際、上述する本発明の更なる形態にかかる電子写真用感光体では、

前記中間層の堆積後、その堆積膜表面に加工を施し、その表面に存在していた突起の頭頂部の除去がなされた表面を有しており、

前記電子写真用感光体の表面保護層は、前記突起の頭頂部の除去がなされた表面上に堆積せしめた前記少なくとも炭素原子を母材とする非単結晶材料からなる層であることを特徴とする電子写真用感光体とすることができる。

【手続補正24】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0052

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0052】

対応させて、上述する本発明の更なる形態にかかる電子写真用感光体の製造方法では、  
前記第二の工程において、

前記中間層の堆積後、その堆積膜表面に加工を施し、その表面に存在していた突起の頭

頂部の除去がなされた表面とされており、

前記第三の工程において、

前記突起の頭頂部の除去がなされた表面上に、少なくとも炭素原子を母材とする非単結晶材料からなる表面保護層の堆積がなされることを特徴とする電子写真用感光体の製造方法とすることができる。

【手続補正 25】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0053

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0053】

従って、上述の本発明の更なる形態にかかる電子写真装置では、

前記感光体の光導電層は、少なくともシリコン原子を含む原料ガスを用いて堆積される、少なくともシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる層であり、

更に堆積される前記中間層は、少なくともシリコン原子と炭素原子を母材とする非単結晶材料からなる層であって、前記中間層の堆積後、その堆積膜表面に加工を施し、その表面に存在していた突起の頭頂部の除去がなされた表面を有する層であり、

前記感光体の表面保護層は、前記突起の頭頂部の除去がなされた表面上に堆積された少なくとも炭素原子を母材とする非単結晶材料からなる層であることを特徴とする電子写真装置とすることができる。

【手続補正 26】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0058

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0058】

さらに、光導電層106と表面保護層103との間に、中間層105をもうける構成を採用している。この中間層105は、光導電層106とともに、第一の工程中に成膜し、その後、一旦堆積室から取り出し、第二の工程における処理を終えた後、再び、堆積室内に設置し、第三の工程で、その表面に表面保護層103を堆積する方法をとることができる。

加えて、第一の工程中に、光導電層106とともに第一の中間層を成膜し、その後、一旦堆積室から取り出し、第二の工程における処理を終えた後、再び、堆積室内に設置し、第三の工程で、第二の中間層と表面保護層103とを連続的に堆積する方法をとることができる。また、中間層105には、少なくともシリコン原子を母材とし、加えて、炭素原子、窒素原子、酸素原子の少なくとも1つ以上を含有する非単結晶材料からなる膜を用いることが好ましい。

【手続補正 27】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0072

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0072】

次に、a-Si光導電層とa-C表面保護層との間に設けられる中間層105には、a-Si(H、X)をベースとし、更に、C、N、Oから選ばれた一つ以上の原子を含有した非結晶材料からなる膜が利用でき、より好ましくは、a-Si光導電層とa-C表面保護層の中間的な組成である、a-SiC(H、X)で形成されることが好ましい。a-SiC膜を中間層105に利用する場合、a-Si光導電層106からa-C表面保護層103に向かって、a-SiC中間層105の組成を連続的に変化させることも可能であり、表面保護層103における干渉の防止等に効果的である。また、この中間層105に、

13族元素、15族元素などのドーパントを添加することにより、その伝導型を制御し、上部阻止層としての機能をも持たせることも可能である。

【手続補正28】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0093

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0093】

本発明において、光導電層106、引き続いて、中間層105を堆積された基体は、大気圧下に曝し、処理を行うため、一旦堆積室から取り出した際、再び、堆積室内に設置し、表面保護層に利用するa-C膜などを堆積する。その堆積に先立ち、フッ素含有ガスあるいは水素ガス中でプラズマ放電を立て、生成するラジカルによるエッチングによって、表面を薄く除去した後、a-C膜などを堆積することもできる。このエッチング処理により、表面の酸化層や不必要な界面などの除去がなされ、その後堆積されるa-C膜などの表面保護層の密着性が向上するという効果が得られる。

【手続補正29】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0104

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0104】

また、図1に示す構成のように、光導電層106上に中間層105を設ける工程において、例えば、前述の手順に従い、一連のa-Si堆積層を形成して、最後の一層分のa-Si堆積層の形成を終える際、高周波電力の供給を停止せず、また原料ガスの供給も停止せず、それぞれ、次の中間層105層の高周波電力供給条件、ガス組成とその供給流量条件へと連続的に堆積条件を変更したり、あるいは、高周波電力は一旦停止するものの、新たに設定した高周波電力供給条件において、原料ガスの供給は、前の層堆積に用いた供給条件から開始し、中間層105の所望する構成となる供給条件へと連続的にガス組成と流量を変化させながら成膜させることで中間層105と光導電層106の界面に組成変化領域を形成すると、この界面での反射を抑制することが可能となる。

【手続補正30】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0105

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0105】

上記の手順で、光導電層、中間層の成膜を終えた基体は、一旦、堆積室（反応容器）2110から取り出し、大気圧下で自然冷却する。その間に、堆積室は、その内部の浄化工程、さらには、次の成膜工程に供することができる。また、本発明においては、この自然冷却のため、装置外に取り出している間に、堆積膜の剥がれ、球状突起などの外観検査を併せて行うこともできる。また、光導電層に加えて中間層の成膜がなされている点を利用し、この間に、中間層を帯電層として、更に、画像検査や電位特性検査なども行うこともできる。

【手続補正31】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0119

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0119】

また、図6に示す構成のように、光導電層602上に中間層605を設ける工程において

て、例えば、前述の手順に従い、一連の a - S i 堆積層を形成して、最後の一層分の a - S i 堆積層の形成を終える際、高周波電力の供給を停止せず、また原料ガスの供給も停止せず、それぞれ、次の中間層 6 0 5 層の高周波電力供給条件、ガス組成とその供給流量条件へと連続的に堆積条件を変更する、あるいは、高周波電力は一旦停止するものの、新たに設定した高周波電力供給条件において、原料ガスの供給は、前の層堆積に用いた供給条件から開始し、中間層 6 0 5 の所望する構成となる供給条件へと連続的にガス組成と流量を変化させながら成膜させることで中間層 6 0 5 と光導電層 6 0 2 の界面に組成変化領域を形成すると、この界面での反射を抑制することが可能となる。

【手続補正 3 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 3 0

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 1 3 0】

図 6 に例示する本発明の電子写真用感光体の構成例では、例えば、A l、ステンレス等の導電性材料からなる基体 1 0 1 上に、第一の工程において形成される光導電層 6 0 2 ならびに中間層 6 0 5 と、第三の工程において形成される表面保護層 6 0 3 とが、順次堆積されている積層構造を有する。なお、本発明の電子写真用感光体では、これら必須な構成要素である光導電層 6 0 2、中間層 6 0 5 および表面保護層 6 0 3 の三層の他に、基体 6 0 1 と光導電層 6 0 2 との間に設ける電荷注入阻止層（不図示）などの種々の機能層を必要に応じて設けてもよい。この図 6 に例示する構成例では、第一の工程において、光導電層 6 0 2 の形成に引き続き、中間層 6 0 5 の積層を実施している。また、突起 6 0 4 は、前述のように、a - S i 感光体特有の光導電層 6 0 2 の作製工程で外因性の成長核などに起因して発生する突起である。

【手続補正 3 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 3 5

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 1 3 5】

（本発明の電子写真用感光体の製造工程に使用される表面研磨装置）

図 7 に、本発明の電子写真用感光体の製造工程において、表面加工に際して使用される表面加工装置の一例、具体的には、表面加工として、研磨を行う際に使用される表面研磨装置の一例を示す。図 7 に示す表面研磨装置の構成例において、加工対象物（円筒状基体上の堆積膜表面）7 0 0 は、その表面に a - S i 光導電層、引き続いて中間層が堆積された円筒状基体であり、弾性支持機構 7 2 0 に取り付けられる。図 7 に示す装置において、弾性支持機構 7 2 0 は、例えば、空気圧ホルダーが使用され、具体的には、ブリジストン社製空気圧式ホルダー（商品名：エアーピック、型番：P O 4 5 T C A \* 8 2 0）が用いられている。加圧弾性ローラ 7 3 0 は、研磨テープ 7 3 1 を巻回して、加工対象物 7 0 0 の a - S i 光導電層上に堆積されている中間層表面に押圧させる。研磨テープ 7 3 1 は、送り出しロール 7 3 2 から供給され、巻き取りロール 7 3 3 に回収される。その送り出し速度は、定量送りだしロール 7 3 4 とキャプスタンローラ 7 3 5 により調整され、また、その張力も調整されている。研磨テープ 7 3 1 には、通常ラッピングテープと呼ばれるものが好適に使用される。a - S i 光導電層または中間層の表面を加工する際、ラッピングテープには、砥粒としては S i C、A l<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、F e<sub>2</sub>O<sub>3</sub>などが用いられる。具体的には、富士フィルム社製ラッピングテープ L T - C 2 0 0 0 を用いた。加圧弾性ローラ 7 3 0 は、そのローラ部は、ネオプレンゴム、シリコンゴムなどの材質からなり、J I S ゴム硬度 2 0 ~ 8 0 の範囲、より好ましくは J I S ゴム硬度 3 0 ~ 4 0 の範囲とされている。また、ローラ部形状は、長手方向において、中央部の直径が両端部の直径より若干太いものが好ましく、例えば、両者の直径差が 0 . 0 ~ 0 . 6 m m の範囲、より好ましくは、0 . 2

～ 0.4 mm の範囲となる形状が好適である。加圧弾性ローラ 730 は、回転する加工対象物（円筒状基体上の堆積膜表面）700 に対して、加圧圧力 0.5 kg 重 /  $\text{cm}^2$  ～ 2.0 kg 重 /  $\text{cm}^2$  の範囲で加圧しながら、研磨テープ 731、例えば、上記のラッピングテープを送り堆積膜表面の研磨を行う。

【手続補正 34】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0140

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0140】

不図示の堆積膜形成装置で a-Si 光導電層、中間層の成膜を終えた加工対象物 801（円筒状基体上の堆積膜表面）は、真空状態を保ったまま、堆積膜形成装置から一旦ゲートバルブ 861 を有する搬送容器 860 内に取り込まれる。この真空状態にされた搬送容器 860 ごと移動して、堆積膜形成装置から真空式研磨装置まで搬送される。ゲートバルブ 861 を搬送機接合部 811 に接合させた後、排気管 812 に接続された排気装置（図示せず）により、搬送機接合部 811 を所定の真空度（圧力）まで真空排気する。その後、ゲートバルブ 810、861 を開き、加工対象物 701（円筒状基体上の堆積膜表面）を搬送容器 860 から真空容器 800 内の研磨処理部に移動し、設置する。具体的には、加工対象物 801 を図 8 に示す設置位置近傍に移動させ、空気圧ホルダー 820 でホールドする。加工対象物 801 は、弾性支持機構 820、例えば、空気圧ホルダーを使用した、具体的には、ブリジストン社製空気圧式ホルダー（商品名：エアーピック、型番：PO45TCA\*820）を用いて保持される。加圧弾性ローラ 830 は、研磨テープ 831 を巻回して、加工対象物 800 の a-Si 光導電層上に堆積されている中間層表面に押圧させる。研磨テープ 831 は、送り出しロール 832 から供給され、巻き取りロール 833 に回収される。その送り出し速度は、定量送りだしロール 834 とキャプスタンローラ 835 により調整され、また、その張力も調整されている。研磨テープ 831 には、通常ラッピングテープと呼ばれるものが好適に使用される。表面に中間層が堆積されている a-Si 光導電層ならびに中間層からなる堆積膜表面を加工する際、ラッピングテープには、砥粒としては SiC、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  などが用いられる。具体的には、富士フィルム社製ラッピングテープ LT-C2000 を用いた。加圧弾性ローラ 830 は、そのローラ部は、ネオプレンゴム、シリコンゴムなどの材質からなり、JIS ゴム硬度 20～80 の範囲、より好ましくは JIS ゴム硬度 30～40 の範囲とされている。また、ローラ部形状は、長手方向において、中央部の直径が両端部の直径より若干太いものが好ましく、例えば、両者の直径差が 0.0～0.6 mm の範囲、より好ましくは、0.2～0.4 mm の範囲となる形状が好適である。加圧弾性ローラ 830 は、回転する加工対象物（円筒状基体上の堆積膜表面）800 に対して、加圧圧力 0.5 kg 重 /  $\text{cm}^2$  ～ 2.0 kg 重 /  $\text{cm}^2$  の範囲で加圧しながら、研磨テープ 831、例えば、上記のラッピングテープを送り堆積膜表面の研磨を行う。

【手続補正 35】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0142

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0142】

（本発明の電子写真用感光体の製造工程における、表面加工前後での表面粗さを確認する手段）

本発明の電子写真用感光体において、前記の表面加工を施した a-Si 光導電層ならびに中間層からなる堆積膜表面上に、表面保護層が堆積される。その際、表面加工、例えば、研磨を施した結果、突起のみに選択的な加工（研磨）がなされ、それ以外の正常部分においては、実質的に加工（研磨）がなされない状態がより好ましい。すなわち、不要な突



起の頭頂部は選択的な加工（研磨）により除かれ、平坦化されるが、それ以外の正常部分には、加工（研磨）にともなひ歪みや表面（界面）局在準位の要因ともなる原子レベルでの加工損傷がないことがより好ましい。

【手続補正 36】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0146

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0146】

図9に、前記のような、補正を施して得られた、堆積膜表面のAFM観察像の一例を示す。本発明の電子写真用感光体において、a-Si光導電層ならびに中間層自体は非晶質の堆積膜であり、その正常部分は本来、図9のAに示すような自然な緩やかな凹凸を示すものである。従って、前記の表面加工を施したa-Si光導電層上を被覆している中間層の表面も、この状態を保持している、図9のAに例示する形状のままであることがより好ましい。さらに、加工量を増し、例えば、図9のB、Cに示す段階まで表面加工、例えば、研磨を行っても特に問題はないが、本発明の目的を達成する上では、このように過剰とも言える平坦化を行う必要はない。あるいは、場合によっては、成膜した膜を剥ぎ取ってしまい、加工歪みを導入することもある。導入された加工歪みは、上述するように、エッチング処理を施すと、解消されるので、実用上の障害とはならないものの、必要以上に過剰な研磨を行う必要はない。

【手続補正 37】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0149

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0149】

（参考例1）

図2に示すプラズマCVD堆積膜形成装置を用いて、表1に示す条件で 108mm円筒状基体上に、第1の層のa-Si:H光導電層を成膜した。

【手続補正 38】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0184

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0184】

：非常に優れている  
 ：優れている  
 ：実用上問題なし  
 ×：実用上問題あり

（参考比較例1）

図2に示すプラズマCVD堆積膜形成装置を用いて、表1に示す条件で 108mm円筒状基体上に、第1の層のa-Si:H光導電層を成膜した。その後、堆積室の中で真空状態を維持したまま、基体温度が300 から室温に下がるまで放置した。なお、この基体温度は、ホルダー2123内部に取り付けた不図示の熱電対でモニターした。前記の真空状態における放置冷却により、基体温度が室温まで降下するには、2時間を要した。

【手続補正 39】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0186

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0186】

以上の手順では、堆積室内部の浄化工程を含め、1バッチを終了するのに要する時間は540分であった。前記の工程で作製した感光体について、実施例1に記載する各評価項目の評価と、総合評価を行った。表5に、各評価項目と総合評価の結果を併せて示す。

## (参考比較例2)

図2に示すプラズマCVD堆積膜形成装置を用いて、表1に示す条件で108mm円筒状基体上に、第1の層のa-Si:H光導電層を成膜した。引き続き、同堆積室の中で、表4に示す条件で第2の層のa-SiCからなる表面保護層を成膜した。成膜後、第2の層の堆積を終え、作製された感光体を堆積室から取り出した。その後、次の製造バッチに先立ち、堆積室内部を表2に示す条件でドライエッチングし、その内部に付着したポリシランを除去した。

## 【手続補正40】

## 【補正対象書類名】明細書

## 【補正対象項目名】0189

## 【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0189】

前記の工程で作製した感光体について、参考例1に記載する各評価項目の評価と、総合評価を行った。表5に、各評価項目と総合評価の結果を併せて示す。また、この評価を終えた後、感光体の一部を切り出し、表面層のa-SiCの組成分析を、XPS(X線電子分光法)によって行った。その結果、前記表4の条件で堆積されたa-SiCの組成は、シリコン原子数と炭素原子数の和に対するシリコン原子数の比、 $(Si / Si + C)$ は、50原子%であった。

## 【手続補正41】

## 【補正対象書類名】明細書

## 【補正対象項目名】0190

## 【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0190】

## 【表5】

		参考例1	参考比較例1	参考比較例2
	1バッチの所要時間(分)	360	540	360
条件	中間層	なし	なし	なし
	表面層	a-C	a-C	a-C
	水洗浄処理	なし	なし	なし
	表面エッチング処理	なし	なし	なし
評価	融着	◎	◎	△
	フィルミング	◎	◎	△
	エッジ損傷	◎	◎	△
	密着性	○	◎	○
	堆積膜形成装置の利用効率	◎	△	◎
	総合評価	○	△	△

## 【手続補正 4 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 9 1

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 1 9 1】

表 5 に示す結果から、本発明の製造方法に準じて作製した参考例 1 の感光体は、融着、フィルミング、ブレードエッジの損傷に関して、参考比較例 2 の感光体と比較して、著しい改善効果が見られると共に、参考比較例 2 の工程と比較すると、1 バッチ当たりの時間が短縮されており、堆積膜形成装置の利用効率も非常に優れたものである。このことから、本発明の製造方法によれば、高品質の感光体を高い効率で、従って、安価に製造できることが分かる。

## ( 実施例 1 )

図 2 に示すプラズマ C V D 堆積膜形成装置を用いて、表 6 に示す条件で 1 0 8 m m 円筒状基体上に、第 1 の層の a - S i : H 光導電層ならびに a - S i C : H 中間層を連続的に成膜した。

## 【手続補正 4 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 9 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 1 9 7】

前記の工程で作製した感光体について、実施例 1 に記載する各評価項目の評価と、総合評価を行った。表 1 1 に、各評価項目と総合評価の結果を併せて示す。

## ( 参考例 2 )

図 2 に示すプラズマ C V D 堆積膜形成装置を用いて、表 1 に示す条件で 1 0 8 m m 円筒状基体上に、第 1 の層の a - S i : H 光導電層を成膜した。

次いで、第一の層を堆積した円筒状基体を一旦堆積室から取り出し、大気中に放置することで基体温度を 3 0 0 から室温まで自然冷却した。大気中では、熱伝導による冷却効率が高いため、約 1 時間で室温まで冷却された。その間に、堆積室内部を表 2 に示す条件でドライエッチングし、その内部に付着したポリシランを除去した。

## 【手続補正 4 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 2 0 2

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 2 0 2】

以上の手順では、1 バッチ終了するために要した時間は 3 6 0 分であった。

前記の工程で作製した感光体について、実施例 1 に記載する各評価項目の評価と、総合評価を行った。表 1 1 に、各評価項目と総合評価の結果を併せて示す。

## ( 実施例 2 )

図 2 に示すプラズマ C V D 堆積膜形成装置を用いて、表 6 に示す条件で 1 0 8 m m 円筒状基体上に、第 1 の層の a - S i : H 光導電層ならびに a - S i C : H 中間層を連続的に成膜した。

## 【手続補正 4 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 2 0 6

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0206】

前記の工程で作製した感光体について、参考例 1に記載する各評価項目の評価と、総合評価を行った。表 11 に、各評価項目と総合評価の結果を併せて示す。

(実施例 3)

図 2 に示すプラズマ CVD 堆積膜形成装置を用いて、表 6 に示す条件で 108 mm 円筒状基体上に、第 1 の層の a-Si:H 光導電層ならびに a-SiC:H 中間層を連続的に成膜した。

【手続補正 46】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0211

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0211】

前記の工程で作製した感光体について、参考例 1に記載する各評価項目の評価と、総合評価を行った。表 11 に、各評価項目と総合評価の結果を併せて示す。

(実施例 4)

図 2 に示すプラズマ CVD 堆積膜形成装置を用いて、表 6 に示す条件で 108 mm 円筒状基体上に、第 1 の層の a-Si:H 光導電層ならびに a-SiC:H 中間層を連続的に成膜した。

【手続補正 47】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0217

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0217】

前記の工程で作製した感光体について、参考例 1に記載する各評価項目の評価と、総合評価を行った。表 11 に、各評価項目と総合評価の結果を併せて示す。

(実施例 5)

図 2 に示すプラズマ CVD 堆積膜形成装置を用いて、表 6 に示す条件で 108 mm 円筒状基体上に、第 1 の層の a-Si:H 光導電層ならびに a-SiC:H 中間層を連続的に成膜した。

【手続補正 48】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0222

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0222】

前記の工程で作製した感光体について、参考例 1に記載する各評価項目の評価と、総合評価を行った。表 11 に、各評価項目と総合評価の結果を併せて示す。

(実施例 6)

図 2 に示すプラズマ CVD 堆積膜形成装置を用いて、表 6 に示す条件で 108 mm 円筒状基体上に、第 1 の層の a-Si:H 光導電層ならびに a-SiC:H 中間層を連続的に成膜した。

【手続補正 49】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0228

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0228】

前記の工程で作製した感光体について、参考例1に記載する各評価項目の評価と、総合評価を行った。表11に、各評価項目と総合評価の結果を併せて示す。

【手続補正50】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0229

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0229】

【表11】

		実施例1	参考例2	実施例2	実施例3
	1バッチの所要時間(分)	360	360	380	360
条件	第一の層の中間層	a-SiC	なし	a-SiC	a-SiC
	第二の層の中間層	なし	a-SiC	a-SiC	なし
	表面層	a-C	a-C	a-C	a-C
	堆積膜表面への処理	なし	なし	なし	水洗浄
評価	融着	◎	◎	◎	◎
	フィルミング	◎	◎	◎	◎
	エッジ損傷	◎	◎	◎	◎
	密着性	◎	◎	◎	◎
	堆積膜形成装置の利用効率	◎	◎	◎	◎
	総合評価	◎	◎	◎	◎

		実施例4	実施例5	実施例6
	1バッチの所要時間(分)	365	365	365
条件	第一の層の中間層	a-SiC	a-SiC	a-SiC
	第二の層の中間層	なし	なし	なし
	表面層	a-C	a-C	a-C
	堆積膜表面への処理	Fラジカル エッチング	水洗浄＋ Fラジカル エッチング	Hラジカル エッチング
評価	融着	◎	◎	◎
	フィルミング	◎	◎	◎
	エッジ損傷	◎	◎	◎
	密着性	◎	◎	◎
	堆積膜形成装置の利用効率	◎	◎	◎
	総合評価	◎	◎	◎

【手続補正51】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0230

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0230】

表11に示す結果から、a-Si:H光導電層とa-C:H表面保護層との間に、a-SiC

：H中間層を設ける構造とする、あるいは、第二の層を堆積するに先立ち、堆積膜表面に水洗浄処理やエッチング処理を施す、さらには、双方の手段を採用することで、表5に示す参考例1の結果と比較しても、表面膜の密着性が向上し、さらに良好な結果が得られていることが判明した。

（参考例3）

図2に示すプラズマCVD堆積膜形成装置を用いて、表1に示す条件で108mm円筒状基体上に、第1の層のa-Si:H光導電層を成膜した。

【手続補正52】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0235

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0235】

前記の工程で作製した、種々の比率で少量のシリコンを添加したa-C:H膜を表面保護層とする感光体、ドラム番号A～Gの合計7種について、参考例1に記載する各評価項目の評価と、総合評価を行った。また、この評価を終えた後、感光体の一部を切り出し、表面層の組成分析を、XPS(X線電子分光法)によって行った。その分析結果に基づき、少量のシリコンを添加したa-C:H膜中のシリコン含有量を、シリコン原子数と炭素原子数の和に対するシリコン原子数の比、 $(Si/Si+C)$ として、また、堆積条件中のSiH<sub>4</sub>の流量を、表13に示す。表11には、各評価項目と総合評価の結果をも併せて示す。

【手続補正53】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0236

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0236】

【表13】

		参考例3						
	ドラム番号	A	B	C	D	E	F	G
条件	SiH <sub>4</sub> 流量 [mL/min(normal)]	0.5	1	2	6	12	20	25
	表面層中のシリコン含有量 (Si/Si+C) (原子%)	0.2	0.5	1	5	10	15	20
評価	融着	◎	◎	◎	◎	○	○	△
	フィルミング	◎	◎	◎	◎	○	○	△
	エッジ損傷	◎	◎	◎	◎	◎	○	△
	密着性	○	○	○	○	○	○	○
	堆積膜形成装置の利用効率	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
	総合評価	◎	◎	◎	◎	◎	○	○

【手続補正54】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0237

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0237】

表13に示す結果から、a-C:H表面保護層に対して、シリコン原子が10原子%程度含有される範囲では、表5に示す参考例1の結果と同様に、良好な結果が得られているこ

とが判明した。

(実施例 7)

図 3 に示す V H F プラズマ C V D 法を用いる堆積膜形成装置を用いて、表 1 4 に示す条件で 1 0 8 m m 円筒状基体上に、第 1 の層の a - S i : H 光導電層ならびに a - S i C : H 中間層を連続的に成膜した。

【手続補正 5 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 2 4 6

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 2 4 6】

前記の工程で作製した感光体、合計 5 種について、下記する手順で感度の評価を行い、加えて、参考例 1に記載する各評価項目の評価と併せて、総合評価を行った。表 1 8 に、感度の評価、参考例 1に記載する各評価項目の評価、総合評価の結果を併せて示す。

(感度の評価)

電子写真用感光体を、その表面を一定の暗部表面電位に帯電させる。帯電後、直ちに露光光像を照射する。この露光光には、キセノンランプ光源から、波長 6 0 0 n m 以上の波長域をフィルターを用いて除去した光を利用する。露光光を照射した後、表面電位計により、感光体表面の明部表面電位を測定する。測定される明部表面電位が所定の電位に達するに必要な露光光量に調整し、その時の露光光量を、感度とする。なお、一定の暗部表面電位は、4 0 0 V、明部表面電位の目標電位は、5 0 V として、本評価を行った。

【手続補正 5 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 2 4 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 2 4 7】

得られた感度の結果は、上記する参考比較例 2で作製した感光体の感度(露光光量)を基準(相対値 5 0)として、各感光体の感度(露光光量)の相対比較を行い、下記する基準に従って、評価した。

【手続補正 5 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 2 5 1

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 2 5 1】

× : 実用上問題あり ; 相対値 5 0 以上。

(比較例 1)

図 3 に示す V H F プラズマ C V D 法を用いる堆積膜形成装置を用いて、表 1 4 に示す条件で 1 0 8 m m 円筒状基体上に、第 1 の層の a - S i : H 光導電層ならびに a - S i C : H 中間層を連続的に成膜した。

その後、堆積室の中で真空状態を維持したまま、基体温度が 2 0 0 から室温に下がるまで放置した。なお、この基体温度は、ホルダー内部に取り付けた不図示の熱電対でモニターした。前記の真空状態における放置冷却により、基体温度が室温まで降下するには、2 時間を要した。

【手続補正 5 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】 0 2 5 3

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 2 5 3 】

以上の手順では、堆積室内部の浄化工程を含め、1 バッチを終了するのに要する時間は 5 0 0 分であった。前記の工程で作製した感光体について、実施例 7 に記載する感度の評価、参考例 1 に記載する各評価項目の評価と、総合評価を行った。表 1 8 に、感度の評価、参考例 1 に記載する各評価項目の評価、総合評価の結果を併せて示す。

【手続補正 5 9】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 2 5 4

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 2 5 4 】



【表 18】

		実施例 7	実施例 7	実施例 7	実施例 7
	a-C : H表面層成膜時 基体温度	室温	50℃	100℃	150℃
	1バッチの所要時間 (分)	385	400	420	440
条件	第一の層の中間層	a-SiC	a-SiC	a-SiC	a-SiC
	第二の層の中間層	なし	なし	なし	なし
	表面層	a-C	a-C	a-C	a-C
	堆積膜表面への処理	Fラジカル エッチング	Fラジカル エッチング	Fラジカル エッチング	Fラジカル エッチング
評価	感度	◎	○	○	○
	融着	◎	◎	◎	◎
	フィルミング	◎	◎	◎	◎
	エッジ損傷	◎	◎	◎	◎
	密着性	◎	◎	◎	◎
	堆積膜形成装置の利用効率	◎	◎	◎	○
	総合評価	◎	○	○	○

		実施例 7	比較例 1
	a-C : H表面層成膜時 基体温度	200℃	室温
	1バッチの所要時間 (分)	460	500
条件	第一の層の中間層	a-SiC	a-SiC
	第二の層の中間層	なし	なし
	表面層	a-C	a-C
	堆積膜表面への処理	Fラジカル エッチング	なし
評価	感度	△	◎
	融着	◎	◎
	フィルミング	◎	◎
	エッジ損傷	◎	◎
	密着性	◎	◎
	堆積膜形成装置の利用効率	◎	△
	総合評価	○	△

【手続補正 60】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0255

【補正方法】変更

【補正の内容】

## 【 0 2 5 5 】

表 1 8 に示す結果から、a - C : H 表面保護層の成膜時における基体温度を、室温（加熱なし）と選択する際、比較例 1 と比較して、本発明の製造方法を採用することで、特性に優れた感光体を、従来の 1 バッチの所要時間 5 0 0 分間に対して、1 1 5 分間も短縮された 3 8 5 分間の所要時間で製造可能であることが分かる。1 バッチの所要時間が短縮される結果、1 堆積膜形成装置当たり、単位期間当たりに製造可能な感光体数量を増すことが可能となり、最終的に製造装置コストを含めた生産コストダウンを図ることが可能となることが判明した。

## （実施例 8）

図 2 に示すプラズマ C V D 堆積膜形成装置を用いて、表 6 に示す条件で 1 0 8 m m 円筒状基体上に、第 1 の層の a - S i : H 光導電層ならびに a - S i C : H 中間層を連続的に成膜した。

## 【 手 続 補 正 6 1 】

【 補 正 対 象 書 類 名 】 明 細 書

【 補 正 対 象 項 目 名 】 0 2 5 9

【 補 正 方 法 】 変 更

【 補 正 の 内 容 】

## 【 0 2 5 9 】

以上の手順に従って、2 0 バッチの感光体作製を実施した。その間、前記の中間検査において、不合格と判定され、第 2 の層の a - C : H 表面保護層の成膜を行わず、不合格バッチとされたものが、2 バッチ発生した。この不合格バッチの 2 バッチに対しては、不要な第 2 の層の a - C : H 表面保護層の成膜を実施していないので、それに要する時間、各 2 0 分間、合計 4 0 分間が結果的に短縮された。また、不要な原料ガスの消費も無く、前記した堆積膜形成装置の利用効率の向上と併せて、トータル的な生産コストの低減に貢献している。

## （実施例 9）

本実施例では、図 6（c）に示す構成、すなわち、導電性円筒状基体 6 0 1 上に、光導電層 6 0 2 a - S i : H、中間層 6 0 5 a - S i C : H をプラズマ C V D 法で堆積し、この堆積膜表面に大気中で研磨加工を施し、突起 6 0 4 の頭頂部を除去・平坦化し、その上に表面保護膜 6 0 3 a - C : H を成膜した感光体を作製した。

## 【 手 続 補 正 6 2 】

【 補 正 対 象 書 類 名 】 明 細 書

【 補 正 対 象 項 目 名 】 0 2 6 6

【 補 正 方 法 】 変 更

【 補 正 の 内 容 】

## 【 0 2 6 6 】

以上の手順で作製した電子写真用感光体について、その堆積膜層の表面外観を観察して、膜の密着性を評価した。次に、電子写真特性の評価として、一次帯電器としてコロナ放電を採用し、また、クリーナーにクリーニングブレードを具える電子写真装置に、本実施例で作製した電子写真用感光体を光受容部材として装着して、画像形成を行った。具体的には、キヤノン製 G P 6 0 5（プロセススピード 3 0 0 m m / s e c）を試験用電子写真装置として用いて、印字率 1 % と通常より印字率を下げたテストパターンにて 5 0 0 万枚の通紙耐久を行った。その間、定期的に全面ハーフトーン画像、全面白画像を出力し、感光体表面へのトナー融着、ぼち発生の評価を行った。また、5 0 0 万枚の通紙耐久終了後、クリーナーのブレードエッジの損傷状態を評価した。これらの評価項目に関する結果に基づき、総合評価を行った。表 2 4 に、評価結果を示す。

## （実施例 1 0）

本実施例では、図6(c)に示す構成、すなわち、導電性円筒状基体601上に、光導電層602a-Si:H、中間層605a-SiC:HをプラズマCVD法で堆積し、この堆積膜表面に真空中で研磨加工を施し、突起604の頭頂部を除去・平坦化し、その上に表面保護膜603a-C:Hを成膜した感光体を作製した。

【手続補正63】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0270

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0270】

なお、本実施例において用いた、光導電層のa-Si:H、中間層のa-SiC:H、表面保護膜のa-C:HをプラズマCVD法で堆積する際の条件、ならびに、その堆積膜厚は、上記実施例9と同じである。

【手続補正64】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0271

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0271】

得られた電子写真用感光体についても、上記実施例9と同じ手順、同じ評価条件で、同じ評価項目、すなわち、膜の密着性、トナー融着、ぼち発生、ブレードエッジの損傷状態に関する評価を実施した。また、これらの評価項目に関する結果に基づき、総合評価を行った。表24に、評価結果を示す。

#### (実施例11)

本実施例では、図6(c)に示す構成、すなわち、導電性円筒状基体601上に、光導電層602a-Si:H、中間層605a-SiC:HをプラズマCVD法で堆積し、この堆積膜表面に大気中で研磨加工を施し、突起604の頭頂部を除去・平坦化し、さらに、加工表面の水洗浄処理を行った後、その上に表面保護膜603a-C:Hを成膜した感光体を作製した。

【手続補正65】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0276

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0276】

なお、本実施例において用いた、光導電層のa-Si:H、中間層のa-SiC:H、表面保護膜のa-C:HをプラズマCVD法で堆積する際の条件、ならびに、その堆積膜厚は、上記実施例9と同じである。

【手続補正66】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0277

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0277】

得られた電子写真用感光体についても、上記実施例9と同じ手順、同じ評価条件で、同じ評価項目、すなわち、膜の密着性、トナー融着、ぼち発生、ブレードエッジの損傷状態に関する評価を実施した。また、これらの評価項目に関する結果に基づき、総合評価を行った。表24に、評価結果を示す。

## (参考例 4)

本参考例では、導電性円筒状基体 6 0 1 上に、光導電層 6 0 2 a - S i : H をプラズマ C V D 法で堆積し、この堆積膜表面に大気中で研磨加工を施し、突起 6 0 4 の頭頂部を除去・平坦化し、さらに、その上に表面保護膜 6 0 3 a - C : H を成膜した感光体を作製した。

【手続補正 6 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 2 8 1

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 2 8 1】

なお、本参考例において用いた、光導電層の a - S i : H、表面保護膜の a - C : H をプラズマ C V D 法で堆積する際の条件、ならびに、その堆積膜厚は、上記実施例 9 と同じである。

【手続補正 6 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 2 8 2

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 2 8 2】

得られた電子写真用感光体についても、上記実施例 9 と同じ手順、同じ評価条件で、同じ評価項目、すなわち、膜の密着性、トナー融着、ぼち発生、ブレードエッジの損傷状態に関する評価を実施した。また、これらの評価項目に関する結果に基づき、総合評価を行った。表 2 4 に、評価結果を示す。

## (参考例 5)

本参考例では、導電性円筒状基体 6 0 1 上に、光導電層 6 0 2 a - S i : H をプラズマ C V D 法で堆積し、この堆積膜表面に大気中で研磨加工を施し、突起 6 0 4 の頭頂部を除去・平坦化し、さらに、再堆積を行う直前に研磨加工された表面をエッチングガスを使用し、プラズマ放電下にエッチングを施した。引き続き、そのエッチングを施した表面上に表面保護膜 6 0 3 a - C : H を成膜した感光体を作製した。

【手続補正 6 9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 2 8 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 2 8 7】

なお、本参考例において用いた、光導電層の a - S i : H、表面保護膜の a - C : H をプラズマ C V D 法で堆積する際の条件、ならびに、その堆積膜厚は、上記実施例 9 と同じである。

【手続補正 7 0】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 2 8 8

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 2 8 8】

得られた電子写真用感光体についても、上記実施例 9 と同じ手順、同じ評価条件で、同じ評価項目、すなわち、膜の密着性、トナー融着、ぼち発生、ブレードエッジの損傷状態に関する評価を実施した。また、これらの評価項目に関する結果に基づき、総合評価を行った。表 2 4 に、評価結果を示す。

## (比較例 2)

本比較例では、導電性円筒状基体 601 上に、光導電層 602 a - Si : H、中間層 605 a - SiC : H、表面保護層 603 a - C : Hを連続的にプラズマ CVD 法で堆積した。この三層構造の堆積膜表面に大気中で研磨加工を施し、突起 104 の頭頂部を除去・平坦化して、感光体を作製した。従って、前記の研磨加工により、突起 604 の頭頂部を除去する結果、かかる頭頂部上を被覆している表面保護層 603 a - C : H、ならびに、中間層 605 a - SiC : Hも、失われた状態となる。

## 【手続補正 71】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0290

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0290】

なお、本比較例において用いた、光導電層の a - Si : H、中間層の a - SiC : H、表面保護膜の a - C : Hをプラズマ CVD 法で堆積する際の条件、ならびに、その堆積膜厚は、上記実施例 9 と同じである。

## 【手続補正 72】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0292

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0292】

得られた電子写真用感光体についても、上記実施例 9 と同じ手順、同じ評価条件で、同じ評価項目、すなわち、膜の密着性、トナー融着、ぼち発生、ブレードエッジの損傷状態に関する評価を実施した。また、これらの評価項目に関する結果に基づき、総合評価を行った。表 24 に、評価結果を示す。

## (比較例 3)

本比較例では、導電性円筒状基体 601 上に、光導電層 602 a - Si : H、中間層 605 a - SiC : H、表面保護層 603 a - C : Hを連続的にプラズマ CVD 法で堆積し、そのまま感光体とした。

## 【手続補正 73】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0294

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0294】

なお、本比較例において用いた、光導電層の a - Si : H、中間層の a - SiC : H、表面保護膜の a - C : Hをプラズマ CVD 法で堆積する際の条件、ならびに、その堆積膜厚は、上記実施例 9 と同じである。

## 【手続補正 74】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0295

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0295】

得られた電子写真用感光体についても、上記実施例 9 と同じ手順、同じ評価条件で、同じ評価項目、すなわち、膜の密着性、トナー融着、ぼち発生、ブレードエッジの損傷状態に関する評価を実施した。また、これらの評価項目に関する結果に基づき、総合評価を行

った。表 2 4 に、評価結果を示す。

( 実施例 1 2 )

本実施例では、図 6 ( c ) に示す構成、すなわち、導電性円筒状基体 6 0 1 上に、光導電層 6 0 2 a - S i : H、中間層 6 0 5 a - S i C : H をプラズマ C V D 法で堆積し、この堆積膜表面に大気中で研磨加工を施し、突起 6 0 4 の頭頂部を除去・平坦化し、その上に表面保護膜 6 0 3 a - C : H を成膜した感光体を作製した。

【 手続補正 7 5 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 3 0 2

【 補正方法 】 変更

【 補正の内容 】

【 0 3 0 2 】

以上の手順で作製した電子写真用感光体について、その堆積膜層の表面外観を観察して、膜の密着性を評価した。次に、電子写真特性の評価として、一次帯電器として注入放電を採用し、また、前記の注入放電用ローラにクリーニング機能を持たせ、クリーニング用ブレードを省いた電子写真装置に、本実施例で作製した電子写真用感光体を光受容部材として装着して、画像形成を行った。具体的には、キヤノン製 G P 4 0 5 ( プロセススピード 2 1 0 mm / s e c ) を試験用電子写真装置に改造し、特開平 1 1 - 1 9 0 9 2 7 号公報記載の手法に従い、帯電部分は中抵抗層からなる弾性ローラに変更し、この弾性ローラに導電性粒子を塗布した状態で電圧を印加する方式を用い、また、前記導電性粒子を塗布した状態で感光体表面と当接して、残留トナーなどの除去を行う形態とすることで、クリーナー無しのシステムに構成した。この試験用装置を用いて、印字率 1 % と通常より印字率を下げたテストパターンにて 1 0 0 万枚の通紙耐久を行った。その間、定期的に全面ハーフトーン画像、全面白画像を出力し、感光体表面へのトナー融着、ぼち発生の評価を行った。これらの評価項目に関する結果に基づき、総合評価を行った。表 2 4 に、評価結果を示す。

( 比較例 4 )

本比較例では、導電性円筒状基体 6 0 1 上に、光導電層 6 0 2 a - S i : H、中間層 6 0 5 a - S i C : H、表面保護層 6 0 3 a - C : H を連続的にプラズマ C V D 法で堆積した。この三層構造の堆積膜表面に大気中で研磨加工を施し、突起 6 0 4 の頭頂部を除去・平坦化して、感光体を作製した。従って、前記の研磨加工により、突起 6 0 4 の頭頂部を除去する結果、かかる頭頂部上を被覆している表面保護層 6 0 3 a - C : H、ならびに、中間層 6 0 5 a - S i C : H も、失われた状態となる。

【 手続補正 7 6 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 3 0 4

【 補正方法 】 変更

【 補正の内容 】

【 0 3 0 4 】

なお、本比較例において用いた、光導電層の a - S i : H、中間層の a - S i C : H、表面保護膜の a - C : H をプラズマ C V D 法で堆積する際の条件、ならびに、その堆積膜厚は、上記実施例 1 2 と同じである。

【 手続補正 7 7 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 3 0 6

【 補正方法 】 変更

【 補正の内容 】

【 0 3 0 6 】

得られた電子写真用感光体についても、上記実施例 1 2 と同じ手順、同じ評価条件で、同じ評価項目、すなわち、膜の密着性、トナー融着、ぼち発生に関する評価を実施した。また、これらの評価項目に関する結果に基づき、総合評価を行った。表 2 4 に、評価結果を示す。

( 実施例 1 3 )

本実施例では、図 6 ( c ) に示す構成、すなわち、導電性円筒状基体 6 0 1 上に、光導電層 6 0 2 a - Si : H、中間層 6 0 5 a - SiC : H をプラズマ CVD 法で堆積し、この堆積膜表面に大気中で研磨加工を施し、突起 6 0 4 の頭頂部を除去・平坦化し、その上に表面保護膜 6 0 3 a - SiC : H を成膜した感光体を作製した。

【手続補正 7 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 3 1 4

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 3 1 4】

【表 2 4】

		条件					評価					
		表面層	中間層	研磨	水洗浄	エッチング	初期ぼち	耐久ぼち	融着	ブレード損傷	密着性	総合判定
実施例 9	研磨後成膜	a-C	a-SiC	通常	なし	なし	◎	◎	◎	◎	○	○
実施例 10	研磨後成膜	a-C	a-SiC	真空	なし	なし	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例 11	研磨後成膜	a-C	a-SiC	通常	有り	なし	◎	◎	◎	◎	◎	◎
参考例 4	研磨後成膜	a-C	なし	通常	なし	なし	◎	◎	◎	◎	○	○
参考例 5	研磨後成膜	a-C	なし	通常	なし	有り	◎	◎	◎	◎	◎	◎
実施例 12	研磨後成膜	a-C	a-SiC	通常	なし	なし	◎	◎	◎	—	○	○
実施例 13	研磨後成膜	a-SiC	a-SiC	通常	なし	なし	◎	◎	○	◎	○	○
比較例 2	成膜後研磨	a-C	a-SiC	通常	—	—	△	△	○	○	◎	△
比較例 3	研磨なし	a-C	a-SiC	なし	—	—	○	△	×	×	◎	×
比較例 4	成膜後研磨	a-C	a-SiC	通常	—	—	△	△	△	—	◎	△

【手続補正 7 9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】 0 3 1 5

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 3 1 5 】

表 2 4 中の記号は、

- ： 非常に優れている
- ： 優れている
- ： 実用上問題なし
- ×： 実用上問題あり
- ： 評価対象がない

を意味する。

表 2 4 にまとめる評価結果を対比すると、本発明の感光体の構成、具体的には、光導電層 a - S i : H 中に発生した突起を一旦表面を研磨加工を施し、その際、その突起の頭頂部のみを除去し、その突起以外の周囲の堆積膜層は実質的に加工がなされない状態となるように平坦化を行い、その後、最表面に表面保護層 a - C : H を形成した実施例 9 ~ 1 2、ならびに参考例 4、5 の感光体においては、堆積膜、特に、最表面に表面保護層 a - C : H 膜の密着性が優れた状態となっている。また、突起の頭頂部のみが除去され、その周囲には研磨加工による機械的な損傷もなく、光受容体としても、優れた特性を有する。具体的には、突起に伴う凸部がないことにより、融着の発生が抑制され、また、クリーニングに使用されるブレードへの損傷を生むことも回避されている。加えて、最表面に表面保護層 a - C : H が均一に被覆する形態となるので、初期ばちで代表される画像欠陥も少なく、使用を重ねる間に、表面保護層 a - C : H などの欠損の増加に由来する耐久ばちなどの画像不良点の増加も十分に抑制されている。

【手続補正 8 0】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 3 1 7

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 3 1 7 】

また、最表面に表面保護層 a - S i C : H を形成した実施例 1 3 の感光体においても、融着の面で最表面に表面保護層 a - C : H を形成した実施例 9 の感光体より若干劣るものの、他の特性については、前述のような十分な効果が得られた。

【手続補正 8 1】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 3 1 8

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 3 1 8 】

【発明の効果】

本発明により提供される電子写真用感光体の製造方法では、より具体的には、

第 1 ステップとして、排気手段と原料ガス供給手段を備えた真空気密可能な堆積室内に導電性の表面を有する円筒状基体を設置し、少なくともシリコン原子を含んだ原料ガスを高周波電力により分解し、該円筒状基体の導電性の表面上に少なくともシリコン原子を母材とする非単結晶材料からなる感光体用光導電層、中間層を堆積させて、光導電層と中間層からなる第一の層を形成する工程と、

第 2 ステップとして、第一の層を堆積した円筒状基体を、例えば、堆積室外に取り出し、大気圧下に曝す処理を施す工程と、

その後、第 3 ステップとして、再び堆積室内に第一の層を堆積した円筒状基体を設置し、少なくとも炭素原子を含んだ原料ガスを高周波電力により分解し、先に堆積した第一の



層の上に、少なくとも炭素原子を母材とする非単結晶材料からなる第二の層を堆積させて、感光体の表面保護層を形成する工程とを行うことにより、長期にわたって、画像欠陥やトナー融着を防止して、良好な画像形成特性の維持が可能となる電子写真用感光体を、高い効率で、安価に製造することが可能となる。

【手続補正 8 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】符号の説明

【補正方法】変更

【補正の内容】

【符号の説明】

1 0 1、6 0 1、1 5 0 1	導電性円筒状基体
1 0 6、6 0 2、1 5 0 2	光導電層
1 0 3、6 0 3、1 5 0 3	表面保護層
6 0 4、1 5 0 4	突起
1 0 5、6 0 5、1 5 0 5	中間層
5 0 4	光受容部材（電子写真用感光体）
5 0 5	一次帯電器
5 0 6	現像器
5 0 6 a	現像剤（トナー）
5 0 7	転写帯電器
5 0 8	クリーナー
5 0 8 - 1	弾性ローラ
5 0 8 - 2	クリーニングブレード
5 0 9	A C 除電器
5 1 0	除電光源（ランプ）
5 1 3	転写材
5 1 4	送りローラ
A	画像露光光（アナログ露光光、あるいはデジタル露光光）
1 3 0 0	堆積装置
1 3 0 1	反応容器（堆積室）
1 3 0 2	ヒーター
1 3 0 3	原料ガス導入管
1 3 0 4	凸部
1 3 0 5	原料ガス供給管
1 3 0 6	供給バルブ
1 3 0 7	排気管
1 3 0 8	メイン排気バルブ
1 3 0 9	真空計
1 3 1 0	サブ排気バルブ
1 3 1 2	基体
4 0 1	導電性基体
4 0 2	処理部
4 0 3	被処理部材搬送機構
4 1 1	被処理部材投入台
4 2 1	被処理部材洗浄槽
4 2 2	洗浄液
4 3 1	純水接触槽
4 3 2	ノズル（純水噴出用）
4 4 1	乾燥槽
4 4 2	ノズル（乾燥気体噴出用）

4 5 1	被処理部材搬出台
4 6 1	搬送アーム
4 6 2	移動機構
4 6 3	チャッキング機構
4 6 4	エアーシリンダー
4 6 5	搬送レール
7 0 0、8 0 1	加工対象物（円筒状基体上の光導電層堆積膜表面）
7 2 0、8 2 0	弾性支持機構
7 3 0、8 3 0	加圧弾性ローラ
7 3 1、8 3 1	研磨テープ
7 3 2、8 3 2	送り出しロール
7 3 3、8 3 3	巻き取りロール
7 3 4、8 3 4	定量送りだしロール
7 3 5、8 3 5	キャブスタンローラ
8 0 0	真空容器
8 1 0	ゲートバルブ
8 1 1	搬送機接合部
8 1 2	排気管
8 1 3	排気バルブ
8 5 1	排気バルブ
8 5 0	排気管
8 6 1	ゲートバルブ
8 6 0	搬送容器