

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5052182号
(P5052182)

(45) 発行日 平成24年10月17日 (2012.10.17)

(24) 登録日 平成24年8月3日 (2012.8.3)

(51) Int.Cl.	F I
C 2 3 C 16/46 (2006.01)	C 2 3 C 16/46
C 2 3 C 16/50 (2006.01)	C 2 3 C 16/50
G 0 3 G 5/08 (2006.01)	G 0 3 G 5/08 3 6 0
G 0 3 G 5/10 (2006.01)	G 0 3 G 5/10 B

請求項の数 13 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2007-95770 (P2007-95770)	(73) 特許権者	000006633
(22) 出願日	平成19年3月30日 (2007.3.30)		京セラ株式会社
(65) 公開番号	特開2008-255383 (P2008-255383A)		京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地
(43) 公開日	平成20年10月23日 (2008.10.23)	(72) 発明者	石井 義伸
審査請求日	平成21年9月15日 (2009.9.15)		滋賀県東近江市蛇溝町1166番地の6
			京セラ株式会社滋賀八日市工場内
		審査官	鮎沢 輝万

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 堆積膜形成装置および堆積膜形成方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

成膜対象となる円筒状基体を収容するための成膜室と、
前記円筒状基体に対して、その内周面から熱エネルギーを付与するための熱エネルギー発生手段と、

グロー放電によりプラズマを生成させるとともに前記円筒状基体の外周面から熱エネルギーを付与するためのプラズマ生成手段と、
を備えた堆積膜形成装置であって、

堆積膜形成時において、前記熱エネルギー発生手段が発熱によって前記円筒状基体に付与する熱エネルギーは、前記プラズマ生成手段が前記円筒状基体に付与する熱エネルギーよりも小さいことを特徴とする、堆積膜形成装置。

【請求項 2】

堆積膜形成時において、前記熱エネルギー発生手段のみによる前記円筒状基体の加熱温度は、140 以下であり、前記円筒状基体の外周面の温度は、240 以上400 以下である、請求項1に記載の堆積膜形成装置。

【請求項 3】

堆積膜形成時において、前記円筒状基体の外周面の温度と前記熱エネルギー発生手段のみによる前記円筒状基体の加熱温度との温度差は、100 以上である、請求項1または2に記載の堆積膜形成装置。

【請求項 4】

10

20

前記熱エネルギー発生手段は、抵抗発熱または電磁誘導発熱により前記円筒状基体を加熱するものである、請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載の堆積膜形成装置。

【請求項 5】

堆積膜形成前においては、前記熱エネルギー発生手段により前記円筒状基体の内周面からの加熱を行なうように構成されている、請求項 1 ないし 4 のいずれかに記載の堆積膜形成装置。

【請求項 6】

前記プラズマ生成手段は、直流電源またはパルス状直流電源を含んでいる、請求項 1 ないし 5 のいずれかに記載の堆積膜形成装置。

【請求項 7】

前記円筒状基体は、端部に設けられ、かつ前記円筒状基体の軸方向における中央部よりも内径が大きいインロー部を有している、請求項 1 ないし 6 のいずれかに記載の堆積膜形成装置。

【請求項 8】

成膜室において、グロー放電によるプラズマを利用して円筒状基体に対して堆積膜を形成する方法であって、

堆積膜形成時において、熱エネルギー発生手段の発熱によって前記円筒状基体の内周面から付与される熱エネルギーを、前記プラズマにより前記円筒状基体の外周面から付与される熱エネルギーに比べて小さくして堆積膜を形成することを特徴とする、堆積膜形成方法。

【請求項 9】

堆積膜形成時において、前記円筒状基体の内周面からの前記円筒状基体の加熱温度は、140 以下であり、前記円筒状基体の外周面の温度は、240 以上 400 以下である、請求項 8 に記載の堆積膜形成方法。

【請求項 10】

堆積膜形成時において、前記円筒状基体の外周面の温度と前記円筒状基体の内周面からの加熱温度との温度差は、100 以上である、請求項 8 または 9 に記載の堆積膜形成方法。

【請求項 11】

堆積膜形成前においては、前記円筒状基体の内周面から加熱を行ない、

堆積膜形成時においては、前記円筒状基体の外周面から加熱を行なう、請求項 8 ないし 10 のいずれかに記載の堆積膜形成方法。

【請求項 12】

前記グロー放電は、直流電源またはパルス状直流電源を用いて電圧を印加することにより発生させられる、請求項 8 ないし 11 のいずれかに記載の堆積膜形成方法。

【請求項 13】

前記円筒状基体は、端部に設けられ、かつ前記円筒状基体の軸方向における中央部よりも内径が大きいインロー部を有している、請求項 8 ないし 12 のいずれかに記載の堆積膜形成方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、原料ガスを分解・活性化し、円筒状基体上に堆積膜を形成するための装置および方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

電子写真感光体や半導体デバイスの形成時における成膜には、CVD (Chemical Vapor Deposition) 法が多く用いられている。CVD 法には種々の方法があり、その代表的なものとしてプラズマ CVD 法、発熱体 (触媒) CVD 法、あるいは熱 CVD 法を挙げることができる。

【0003】

とくに、アモルファスシリコン（以下、「a-Si」と略す）系の材料を用いた電子写真感光体、太陽電池、イメージセンサ、光センサ、あるいはTFT（薄膜トランジスタ）等の製作には、主にグロー放電プラズマCVD法による成膜装置が広く用いられてきた。

【0004】

このグロー放電プラズマCVD法において電子写真感光体を作製する場合には、図5に示すようなプラズマCVD装置9が用いられている（たとえば特許文献1，2参照）。

【0005】

同図に示したプラズマCVD装置9は、円筒状の容器90のほぼ中央に配置した基体支持体91に円筒状の導電性基体92を支持させた状態で、グロー放電プラズマによりa-Si系膜を成膜するものである。このプラズマCVD装置9は、基体支持体91に対してリング部材93を介して保持された導電性基体92を接地電極とするとともに、これを囲んだ中空の円筒状の金属電極94を、高周波電力印加用の電極とするものである。金属電極94には、成膜用の原料ガスを導入するガス導入口95が設けられており、このガス導入口95を介して導入された原料ガスが、金属電極94の内周面に設けられたガス吹き出し孔96から導電性基体92に向けて吹き出すように構成されている。金属電極94と導電性基体92との間には、高周波電源97により高周波電力を印加してグロー放電が起こるようになされている。基体支持体91の内部には、ニクロム線やカートリッジヒーターなどからなる基体加熱手段98が設けられており、この基体加熱手段98によって、基体支持体91を介して、導電性基体92が内周面から加熱されるようになされている。

【0006】

【特許文献1】特開平9-78248号公報

【特許文献2】特開平8-225947号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかしながら、先に説明したプラズマCVD装置9では、基体加熱手段98からの熱が基体支持体91を介して導電性基体92に伝達されるため、基体支持体91は、熱伝導率の高い材料により形成されている。そのため、導電性基体92の端部からは、リング部材93を介して基体支持体91へ熱が逃げやすく、導電性基体92の端部は、中央部に比べて温度が低くなる傾向がある。とくに、導電性基体92がインロー部99を有するものである場合には、図6に示したようにインロー部99の内面が基体支持体91に接触していないため、基体支持体91から導電性基体92への熱伝達が悪く、成膜時における導電性基体92の温度は、中央部に比べて端部のほうが低くなる傾向にある。

【0008】

その結果、導電性基体92の軸方向では膜質に不均一さが生じる。たとえば、成膜開始時の温度が目的の温度より低い部分においては、電子写真特性上の残留電位が増大し、画像イメージのムラが生じさせる原因となる。このように、プラズマCVD装置9によって電子写真用感光体を形成した場合には、導電性基体92の軸方向の膜質の不均一性に起因する電子写真特性のバラツキが画像イメージの均一性を損ない、著しく画像品質を低下させるという問題がある。

【0009】

本発明は、円筒状基体に対して、その軸方向における膜質のムラの少ない膜を形成できるようにし、品質および均一性の高い画像を形成できるようにすることを課題としている。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明の第1の側面では、成膜対象となる円筒状基体を収容するための成膜室と、前記円筒状基体に対して、その内周面から熱エネルギーを付与するための熱エネルギー発生手段と、グロー放電によりプラズマを生成させるとともに前記円筒状基体の外周面から熱エネルギーを付与するためのプラズマ生成手段と、を備えた堆積膜形成装置であって、堆積膜形成

10

20

30

40

50

時において、前記熱エネルギー発生手段が発熱によって前記円筒状基体に付与する熱エネルギーは、前記プラズマ生成手段が前記円筒状基体に付与する熱エネルギーよりも小さいことを特徴とする、堆積膜形成装置が提供される。

【0011】

成膜時において、前記熱エネルギー発生手段のみによる前記円筒状基体の加熱温度は、たとえば140以下であり、前記円筒状基体の外周面の温度は、たとえば240以上400以下である。

【0012】

前記熱エネルギー発生手段は、たとえば抵抗発熱または電磁誘導発熱により前記基体を加熱するものである。

10

【0013】

本発明の堆積膜形成装置は、堆積膜形成前においては、前記熱エネルギー発生手段により前記円筒状基体の内周面からの加熱を行い、堆積膜形成時においては、前記プラズマ生成手段のみにより前記円筒状基体の加熱を行うように構成してもよい。

【0016】

前記プラズマ発生手段は、たとえば直流電源またはパルス状直流電源を含んでいる。

【0017】

前記円筒状基体は、たとえば端部に設けられ、かつ前記円筒状基体の軸方向における中央部よりも内径の大きいインロー部を有しているものである。

【0018】

20

本発明の第3の側面においては、成膜室において、グロー放電によるプラズマを利用して円筒状基体に対して堆積膜を形成する方法であって、堆積膜形成時において、熱エネルギー発生手段が発熱によって前記円筒状基体の内周面から付与される熱エネルギーを、前記プラズマにより前記円筒状基体の外周面から付与される熱エネルギーに比べて小さくなるようにすることを特徴とする、堆積膜形成方法が提供される。

【0019】

本発明の堆積膜形成方法では、成膜時における前記円筒状基体の外周面の温度は、240以上400以下であり、前記円筒状基体の内周面からの加熱温度は、140以下とするのが好ましい。成膜時における前記円筒状基体の外周面の温度と前記円筒状基体の内周面からの加熱温度との温度差は、たとえば100以上とされる。

30

【0020】

本発明の堆積膜形成方法では、堆積膜形成前においては、前記円筒状基体の内周面から加熱を行なうようにしてもよい。

【0021】

好ましくは、前記グロー放電は、直流電源またはパルス状直流電源を用いて電圧を印加することにより発生させられる。

【0022】

前記円筒状基体は、たとえば端部に設けられ、前記基体の軸方向における中央部よりも内径より大きいインロー部を有しているものである。

【発明の効果】

40

【0023】

本発明では、堆積膜形成時において、前記円筒状基体に付与される熱エネルギーが、前記プラズマ発生手段から付与されるよりも前記熱エネルギー発生手段から付与される方が小さくされる。前記プラズマ発生手段では前記基体の表面で全体が加熱されるため、前記熱エネルギー発生手段により付与される熱エネルギーを小さくすることにより、基体の全体をより均一に加熱することが可能となる。そのため、円筒状基体の表面において、温度分布ムラを抑制できるため、膜質をより均一にすることが可能となり、画像イメージのムラが生じることを抑制することが可能となる。

【0024】

とくに、前記円筒状基体がインロー部を有している場合には、前記熱エネルギー発生手段

50

により付与される熱エネルギーを小さくし、あるいはゼロとすることにより、円筒状基体の端部での熱エネルギー発生手段からの熱伝達が不十分であっても、プラズマ発生手段によって基体の端部の温度を、中央部との差が小さいものとすることができる。そのため、インロー部が形成された円筒状基体であっても、円筒状基体に形成される膜の質を軸方向において均一化できるため、画像イメージのムラが生じることを抑制することができる。

【0025】

本発明において、前記プラズマ発生手段が直流電源またはパルス状直流電源を含んでいれば、高周波電源を用いる場合に比べて円筒状基体に形成される膜を凹凸の少ないものとし、膜質を均一化することが可能となる。これにより、画像イメージのムラが生じることを抑制することができる。また、直流電源またはパルス状直流電源を用いてグロー放電・プラズマを生じさせる場合には、高周波電源を用いる場合に比べて効率良く円筒状基体を加熱することができる。

10

【発明を実施するための最良の形態】

【0026】

以下においては、本発明に係る堆積膜形成装置および方法について、図面を参照しつつ説明する。

【0027】

図1に示した電子写真感光体1は、本発明の堆積膜形成装置および方法により、円筒状基体10の外周面に、アモルファスシリコン系化合物により構成された電荷注入阻止層12、光導電層13および表面層14が順次積層形成されたものである。

20

【0028】

図2に示したプラズマCVD装置2は、本発明の堆積膜形成装置の一例に相当するものである。このプラズマCVD装置2は、円筒状電極20および一對のプレート21, 22により成膜室23を規定したものであり、基体支持体24および加熱体25をさらに備えている。

【0029】

円筒状電極20は、全体が金属などの導体により中空に形成されたものであり、絶縁シール26を介して一對のプレート21, 22に接合されている。この円筒状電極20は、接地されているとともに、ガス導入口27および複数のガス吹き出し孔28を有している。

30

【0030】

ガス導入口27は、成膜室23に供給すべき原料ガスを導入するためのものである。成膜室23に対しては、たとえば B_2H_6 、 H_2 （または He ）、 CH_4 あるいは SiH_4 を供給可能とされている。

【0031】

複数のガス吹き出し孔28は、円筒状電極20の内部に導入された原料ガスを円筒状基体10に向けて吹き出すためのものであり、図の上下方向および周方向に等間隔で配置されている。複数の複数のガス吹き出し孔28は、たとえば同一形状の円形に形成されており、その孔径は0.5mm以上2.0mm以下とされている。

【0032】

一對のプレート21, 22は、円筒状電極20の開口20A, 20Bを閉鎖するためのものであり、たとえば金属などの導体により、円筒状電極20の外径に対応した径を有する円形に形成されている。

40

【0033】

プレート21には、その中心に回転手段5が設けられている。この回転手段5は、基体支持体24を回転させるためのものである。回転手段5とプレート21との接点には、成膜室23の高真空状態を維持できるように回転機構（図示略）が設けられている。このような回転機構としては、回転軸を二重または三重構造としたオイルシール、あるいはメカニカルシール等の真空シール手段を用いることができる。

【0034】

50

このような回転手段 5 により基体支持体 2 4 を回転させて成膜を行なった場合には、基体支持体 2 4 とともに円筒状基体 1 0 が回転させられるために、円筒状基体 1 0 の外周に対してより均等に原料ガスの分解成分を堆積させることが可能となる。

【 0 0 3 5 】

一方、プレート 2 2 には、ガス排出口 2 2 A が設けられている。

【 0 0 3 6 】

ガス排出口 2 2 A は、成膜室 2 3 のガスを外部に排出するためのものであり、図外のポンプに接続されている。このポンプによりガス排気口 2 2 A を介して成膜室 2 3 からガスを排出させることにより、成膜室 2 3 の高真空化が図られている。

【 0 0 3 7 】

基体支持体 2 4 は、円筒状基体 1 0 を支持するためのものであり、中空に形成されている。この基体支持体 2 4 は、電極としても機能するものであり、全体が金属などの導体により形成されている。基体支持体 2 4 には、直流電源 3 0 が接続されている。直流電源 3 0 は、制御部 3 1 によってオン・オフが制御される。

【 0 0 3 8 】

加熱体 2 5 は、円筒状基体 1 0 を加熱するためのものであり、基体支持体 2 4 の内部に收容されている。加熱体 2 5 としては、たとえば抵抗発熱によるもの、あるいは電磁誘導によるものを使用することができる。抵抗発熱による加熱体 2 5 としては、たとえばニクロム線を用いたシートヒータを挙げることができる。電磁誘導による加熱体 2 5 としては、たとえば金属芯材にコイルを巻回したものを挙げることができる。

【 0 0 3 9 】

図 3 に示したように、プラズマ C V D 装置 2 ' としては、加熱体 2 5 (図 2 参照) を省略し、円筒状基体 1 0 の内周面からの加熱を行わずに、円筒状基体 1 0 の外周面のみを加熱するものであってもよい。

【 0 0 4 0 】

図 2 に示したプラズマ C V D 装置 2 を用いて円筒状基体 1 0 に a - S i 膜を形成する場合には、まず基体支持体 2 4 に円筒状基体 1 0 を支持させる。

【 0 0 4 1 】

ここで、円筒状基体 1 0 としては、インロー部 1 1 が設けられたものであり、導電性のもの、あるいは絶縁性基体の表面に導電層を形成したものが採用される。

【 0 0 4 2 】

導電性基体としては、たとえばアルミニウム (A l) 、ステンレススチール (S U S) 、鉄 (F e) 、ニッケル (N i) 、クロム (C r) 、マンガン (M n) 、銅 (C u) 、およびチタン (T i) などの金属またはこれらの合金により形成されたものを挙げることができる。

【 0 0 4 3 】

絶縁性基体としては、たとえばガラス (ホウ珪酸ガラスやソーダガラスなど) 、セラミックス、石英、およびサファイヤなどの無機絶縁物、あるいはフッ素樹脂、ポリカーボネート、ポリエチレンテレフタレート、ポリエステル、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレン、ポリアミド、ビニロン、エポキシ、およびマイラーなどの合成樹脂絶縁物を挙げることができる。

【 0 0 4 4 】

絶縁性基体に形成される導電層としては、たとえば I T O (インジウム・スズ・酸化物) 、酸化錫、酸化鉛、酸化インジウム、およびヨウ化銅などの導電層の他、 A l 、 N i 、および金 (A u) などの金属層を採用することができる。また、導電層は、たとえば真空蒸着法、活性反応蒸着法、イオンプレーティング法、 R F スパッタリング法、 D C スパッタリング法、 R F マグネトロンスパッタリング法、 D C マグネトロンスパッタリング法、熱 C V D 法、プラズマ C V D 法、スプレー法、塗布法、あるいは浸漬法などにより形成することができる。

【 0 0 4 5 】

10

20

30

40

50

基体支持体 24 に円筒状基体 10 を支持させた後は、加熱体 25 により基体支持体 24 を介して円筒状基体 10 を加熱するとともに、成膜室 23 を減圧する。ここで、加熱体 25 による加熱温度は、たとえば加熱体 25 のみにより加熱した場合（グロー放電による加熱を考慮しない場合）において、円筒状基体 10 における軸方向の中央部での温度が 140 以下となるように設定される。

【0046】

加熱体 25 による円筒状基体 10 の加熱は、たとえば加熱体 25 に対して外部から電力を供給して加熱体 25 を発熱させることにより行なわれる。このような加熱体 25 の発熱により、円筒状基体 10 が目的とする温度に昇温される。円筒状基体 10 の加熱温度は、その表面に形成すべき膜の種類によって選択される。電荷注入阻止層 12、光導電層 13 および表面層 14 を a-Si 膜として形成する場合には、加熱体 25 のみによる円筒状基体 10 の加熱温度は、たとえば 140 以下の範囲に設定される。

10

【0047】

ただし、図 3 に示したプラズマ CVD 装置 2' ように、加熱体 25（図 2 参照）を省略する場合には、基体支持体 24 を介しての円筒状基体 10 を加熱は行なわれない。

【0048】

一方、成膜室 23 の減圧は、図外のポンプによってガス排出口 22A を介して成膜室 23 からガスを排出させることにより行なわれる。成膜室 23 の減圧の程度は、たとえば 1.0 ~ 100 Pa 程度とされる。

【0049】

20

次いで、円筒状基体 10 の温度が所望温度となり、成膜室 23 の圧力が所望圧力となった場合には、ガス導入口 27 を介して、原料ガスを所望の組成、流量およびガス圧で円筒状電極 20 の内部に導入する。円筒状電極 20 の内部に導入された原料ガスは、複数のガス吹き出し孔 28 を介して円筒状基体 10 に向けて吹き出される。

【0050】

一方、円筒状電極 20 と基体支持体 24 との間には、直流電源 30 を介して直流電圧を印加する。直流電圧は、電圧値を一定としてもよいし、パルス状の電圧を繰り返し供給することにより行なってもよい。このような直流電圧の供給状態は、制御部 31 により直流電源 30 のオン・オフを制御することにより達成することができる。このとき、加熱体 25 による内周面からの円筒状基体 10 の加熱を停止してもよい。すなわち、加熱体 25 は、成膜前における予備加熱のためにだけ利用してもよい。

30

【0051】

ここで、円筒状電極 20 と基体支持体 24 との間に印加する直流電圧は、たとえば 500 V 以上 1000 V とされる。

【0052】

一方、円筒状電極 20 と基体支持体 24 との間にパルス状の電圧を供給する場合には、制御部 31 によって直流電源 30 を制御することにより、円筒状電極 20 と基体支持体 24 との間の電位差 V が、たとえば 500 V 以上 1000 V 以下、周波数 $(1/T \text{ (sec)})$ が 5 kHz 以上 200 kHz 以下、Duty 比 $(T1/T)$ が 1% 以上 90% 以下とされる（図 4 参照）。

40

【0053】

このようにして円筒状電極 20 と基体支持体 24 との間に直流電圧を印加した場合には、円筒状電極 20 と基体支持体 24 との間にグロー放電が起こり、プラズマが生成される。このとき、グロー放電（プラズマ）による円筒状基体 10 の加熱は、円筒状基体 10 の軸方向の中央部表面の温度が、たとえば 240 以上 400 以下となるように行なわれ、好ましくは、加熱体 25 のみにより円筒状基体 10 を加熱した場合の温度と、グロー放電による加熱温度との差は、100 以上とされる。成膜時において加熱体 25 による加熱を停止する場合、あるいは図 3 に示したように加熱体 25 を省略する場合においては、成膜時における円筒状基体 10 の内周面の温度と円筒状基体 10 の外周面の温度との差を 100 以上にするのが好ましい。

50

【 0 0 5 4 】

プラズマの生成により、原料ガスが分解され、その分解成分は円筒状基体 1 0 の表面に堆積される。そして、ガス導入口 2 7 を介して供給される原料ガスの組成を適宜切り替えることにより、円筒状基体 1 0 の表面には、電荷注入阻止層 1 2、光導電層 1 3 および表面層 1 4 が順次積層形成される。

【 0 0 5 5 】

そして、円筒状基体 1 0 に対する膜形成が終了した場合には、基体支持体 2 4 から円筒状基体 1 0 を抜き取ることにより、図 1 に示した電子写真感光体 1 を得ることができる。

【 0 0 5 6 】

堆積膜の形成時において、円筒状基体 1 0 に付与される熱エネルギーは、加熱体 2 5 のほうがグロー放電（プラズマ）よりも小さくされている。グロー放電では、円筒状基体 1 0 の表面で全体が加熱されるため、加熱体 2 5 により付与される熱エネルギーを小さくする、あるいはゼロとすることにより、円筒状基体 1 0 の全体をより均一に加熱することが可能となる。そのため、円筒状基体 1 0 の表面において温度分布ムラが生じるのを抑制することができるため、膜質をより均一にすることが可能となる。

【 0 0 5 7 】

とくに、円筒状基体 1 0 がインロー部 1 1 を有している場合においては、加熱体 2 5 から付与される熱エネルギーを、グロー放電によって付与される熱エネルギーよりも小さくすることにより、円筒状基体 1 0 の端部での加熱体 2 5 からの熱伝達が不十分であっても、グロー放電（プラズマ）によって円筒状基体 1 0 の端部の温度を、中央部との差が小さいものとすることができる。そのため、インロー部 1 1 が形成された円筒状基体 1 0 であっても、円筒状基体 1 0 に形成される膜質を軸方向においてより均一にすることができるため、画像イメージのムラが生じるのを抑制することができる。

【 0 0 5 8 】

また、直流電源またはパルス状直流電源を用いてグロー放電を発生させるようにすれば、高周波電源を用いる場合に比べて、円筒状基体 1 0 に形成される膜を凹凸のより少ないものとすることができ、膜質をより均一にすることが可能となる。これにより、画像イメージのムラが生じることを抑制することができる。また、直流電源またはパルス状直流電源を用いる場合には、高周波電源を用いる場合に比べて効率良く円筒状基体 1 0 を加熱することができる。

【 0 0 5 9 】

もちろん、本発明は、上述した実施の形態には限定されない。たとえば、円筒状基体 1 に付与する熱エネルギーを、グロー放電（プラズマ）に比べて加熱体 2 5 のほうが小さくできる限りは、直流電源に代えて、他の電源、たとえば V H F 電源や R F 電源などの高周波電源を用いることもできる。

【 0 0 6 0 】

次に、本発明について、実施例として説明する。ただし、本発明は、以下の実施例に限定されるものではない。

【 参考例 1 】

【 0 0 6 1 】

本参考例では、成膜時の温度が電子写真感光体を用いた画像形成における画像特性および耐久性に与える影響について検討した。

【 0 0 6 2 】

円筒状基体としては、アルミニウム合金から成る外径 3 0 m m、内径 2 7 . 1 m m、長さ 2 5 4 m m の引き抜き管にインロー部を形成した後に外周面を鏡面加工し、洗浄したものをを用いた。インロー部は、内径 2 7 . 5 m m、深さ 1 1 m m に形成した。

【 0 0 6 3 】

キャリア注入阻止層、光導電層および表面層は、円筒状基体を図 2 に示したプラズマ C V D 装置 2 にセットして、下記表 1 に示す成膜条件（成膜温度は表 2 参照）に示す成膜条件により作製した。

【 0 0 6 4 】

【表 1】

層の種類		電荷注入阻止層	光導電層	表面層
ガス流量	SiH ₄ (sccm)	1 7 0	3 4 0	3 0
	B ₂ H ₆ (ppm)	1 1 5 0	0 . 3	0
	CH ₄ (sccm)	0	0	6 0 0
	NO (sccm)	1 7	0	0
	H ₂ (sccm)	2 0 0	2 0 0	0
ガス圧力 (Pa)		8 0	8 0	8 6 . 5
RF 電力 (W)		2 0 0	3 0 0	3 0 0
成膜時間 (Hr)		3	7	1

10

【 0 0 6 5 】

【表 2】

感光層を成膜するときの円筒状基体の温度と画質および耐久性の関係

感光層成膜時の基体温度	画質	耐久性
1 4 0℃	×	×
1 8 0℃	△	○
2 0 0℃	○	◎
2 5 0℃	◎	◎
2 8 0℃	◎	○
3 0 0℃	○	△

20

【 0 0 6 6 】

(画像特性の評価)

画像特性は、電子写真感光体を電子写真プリンタ(「FS-1550」:京セラ株式会社製)に搭載して30万枚の耐刷実験を行うことにより評価した。画質は、実質的に画像濃度ムラが認められなかった場合を「☐」、実用上十分に許容し得る程度の画像濃度ムラが認められた場合を「○」、実用上許容し得る程度の画像濃度ムラが認められた場合を「☒」、実用上支障がある程度の画像濃度ムラが認められた場合を「×」として評価した。耐久性は、30万枚の耐刷後における画質として評価した。画像特性の評価結果については、上記表2に示した。

30

【 0 0 6 7 】

表2から分かるように、成膜温度と画像特性(画質や耐久性)には密接な関係があり、温度が、140以下では、画質および耐久性とも大きく劣る結果となった。その一方で、成膜温度が高すぎても、画質および耐久性とも劣化する傾向が見られた。そのため、画像特性を考慮した場合、成膜温度は少なくとも180以上とする必要があり、好ましくは200以上280以下であり、さらに好ましくは250前後である。

【参考例2】

【 0 0 6 8 】

本参考例では、加熱体のみによる円筒状基体の加熱温度を100に設定する一方で、種々の電源を用いてプラズマを発生させて円筒状基体を外周面から加熱した場合について評価した。円筒状基体の外周面の温度は、軸方向における中央部について、熱伝対を用いて測定した。用いた電源の種類および円筒状基体の温度の測定結果については、下記表3に示した。表3において、RF電源およびVHF電源の電圧値はPeak to Peak値であり、DC電源およびパルス状DC電源の電圧値は、円筒状基体側に印加される電圧値である。

40

【 0 0 6 9 】

【表 3】

ヒーターのみによる基体加熱温度 100℃

電源の種類	R F 電源	V H F 電源	D C 電源	パルス状 D C 電源
電圧	2000 V	2000 V	-900 V	-900 V
周波数	13.56 MHz	50 MHz	—	30 KHz
d u t y 比	—	—	—	70%
パワー	300 W	300 W	300 W	300 W
基体の温度	150℃	120℃	250℃	260℃

10

【0070】

表 3 から分かるように、D C 電源あるいはパルス状 D C 電源を用いたプラズマ加熱では、参考例 1 の結果より得られた成膜に十分な温度（たとえば 180℃ 以上）に達しているのに対して、高周波電源によるプラズマ加熱では、R F 電源および V H F 電源ともに、成膜に十分な温度に達しなかった。

【0071】

したがって、加熱体による円筒状基体の内周面からの加熱を小さくするとともに、円筒状基体を効率良く加熱する観点からは、D C 電源あるいはパルス状 D C 電源を用いるのが好ましい。

【実施例 1】

20

【0072】

本実施例では、種々の電源を用いてグロー放電によるプラズマを生成させて円筒状基体に成膜したときに、プラズマによる加熱温度と加熱体による円筒状基体の内周面からの加熱温度とが、円筒状基体の端部での円筒度に与える影響について検討した。本実施例ではさらに、成膜時のプラズマによる加熱温度と加熱体による円筒状基体の内周面からの加熱温度とが、電子写真感光体を用いて画像形成を行なった場合において、電子写真感光体の端部での画質に与える影響について検討した。

【0073】

（電子写真感光体の作製）

電子写真感光体は、円筒状基体の外周面に、キャリア注入阻止層、光導電層および表面層を成膜することにより形成した。円筒状基体としては、アルミニウム合金から成る外径 30 mm、内径 27.1 mm、長さ 254 mm の引き抜き管にインロー部を形成した後に外周面を鏡面加工し、洗浄したものをを用いた。インロー部は、内径 27.5 mm、深さ 1.1 mm に形成した。キャリア注入阻止層、光導電層および表面層は、円筒状基体を図 2 に示したプラズマ C V D 装置 2 にセットして、下記表 3 ないし表 5 に示す成膜条件により作製した。なお、電源としては、パルス状 D C 電源、R F 電源、または D C 電源を用いた。

30

【0074】

【表 4】

層の種類		電荷注入阻止層	光導電層	表面層
ガス流量	SiH ₄ (sccm)	170	340	30
	B ₂ H ₆ (ppm)	1150	0.3	0
	CH ₄ (sccm)	0	0	600
	NO (sccm)	17	0	0
	H ₂ (sccm)	200	200	0
ガス圧力 (Pa)		80	80	86.5
成膜時間 (Hr)		3	7	1

40

【0075】

【表 5】

電源の種類	パルス状DC電源	RF電源	DC電源
電圧	−900V	2000V	−900V
周波数	50KHz	13.56MHz	—
duty比	50%	—	—

【0076】

(温度の測定)

プラズマ加熱温度と加熱体による円筒状基体の内周面からの加熱温度は、プラズマCVD装置に円筒状基体をセットした状態で、円筒状基体の外周面において、軸方向の中央部および端部（インロー部に対応する部分）のそれぞれに熱電対を配置して測定した。

10

【0077】

加熱体のみによる加熱温度は、各電源による電圧印加を行わずに、加熱体にみにより円筒状基体を内周面から加熱するとともに、円筒状基体の温度が定常値となる時の温度として測定した。

【0078】

一方、プラズマによる加熱温度は、成膜時における温度として測定した。

【0079】

(円筒度の評価)

20

円筒度は、成膜後の円筒状基体における軸方向の端部について、JIS B 0182に準拠して測定した。円筒度の評価結果については、表6に示した。円筒度の測定範囲は、端面から20mmまでの部位とした。

【0080】

(画質の評価)

画質は、種々の条件で成膜した電子写真感光体A～Qのそれぞれを、電子写真プリンタ（「FS-1550」：京セラ株式会社製）に搭載して印刷を行うことにより評価した。画質は、電子写真感光体A～Qの端部（インロー部が形成されている部分）に対応する部分の画像において、画像濃度ムラの発生が認められるか否かにより評価した。画質は、実質的に画像濃度ムラが認められなかった場合を「」、実用上十分に許容し得る程度の画像濃度ムラが認められた場合を「○」、実用上許容し得る程度の画像濃度ムラが認められた場合を「△」、実用上支障がある程度の画像濃度ムラが認められた場合を「×」として評価した。画質の評価結果については、表6に示した。

30

【0081】

【表 6】

	電源	加熱体のみによる加熱温度(℃)	パワー(W)	成膜時温度(℃)		円筒度(μm)	画質
				中心部	インロー部		
A	パルス状DC	50	750	250	244	7	◎
B		100	700	248	242	11	○
C		120	650	245	238	12	○
D		非加熱	800	253	251	5	◎
E	RF	50	800	160	152	9	×
F		100	800	182	172	11	△
G		200	300	250	220	30	×
H		250	250	252	215	35	×
I	DC	100	600	262	260	6	◎
Q		120	550	265	265	8	◎

40

【0082】

表6から分かるように、電子写真感光体A～D、I、Qのように、成膜時の温度が高く、成膜時の温度（円筒状基体の外周面の温度）と加熱体のみによる加熱温度の差が大きい場合には、円筒度を示す値（ズレ）が小さく、端部における画質も良好なものとなってい

50

た。

【 0 0 8 3 】

これに対して、電子写真感光体 G , H のように、成膜時の温度が高く、成膜時の温度（円筒状基体の外周面の温度）と加熱体のみによる加熱温度の差が小さい場合には、円筒度を示す値（ズレ）が大きくなっていた。また、電子写真感光体 E ~ H のように、成膜時の温度が低いか、成膜時の温度が高く、かつ成膜時の温度（円筒状基体の外周面の温度）と加熱体のみによる加熱温度の差が小さい場合には、端部における画質が悪かった。

【 0 0 8 4 】

したがって、円筒状基体の端部における円筒度を適切に維持しつつ、良好な画像を得るためには、成膜時の温度を比較的に高く、たとえば 1 8 0 以上、好ましくは 2 4 0 以上

10

【図面の簡単な説明】

【 0 0 8 5 】

【図 1】本発明により堆積膜が形成された電子写真感光体の一例を示す断面図およびその要部断面図である。

【図 2】本発明に係るプラズマ C V D 装置の一例を示す断面図である。

【図 3】本発明に係るプラズマ C V D 装置の他の例を示す断面図である。

【図 4】プラズマ C V D 装置における電源としてパルス状直流電源を採用した場合における電圧の供給状態を説明するためのグラフである。

20

【図 5】従来のプラズマ C V D 法による成膜方法を説明するための装置の一例を示す断面図である。

【図 6】図 5 に示した装置の要部を拡大して示した断面図である。

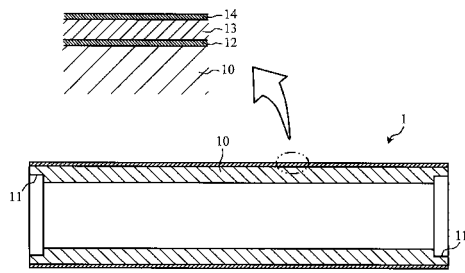
【符号の説明】

【 0 0 8 6 】

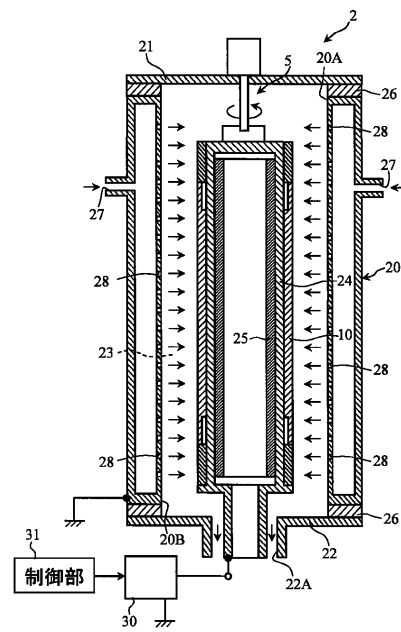
- 1 0 円筒状基体
- 1 1 インロー部
- 2 , 2 ' プラズマ C V D 装置（堆積膜形成装置）
- 2 3 真空室（真空成膜室）
- 2 5 加熱体（熱エネルギー発生手段）
- 3 0 電源（プラズマ生成手段）

30

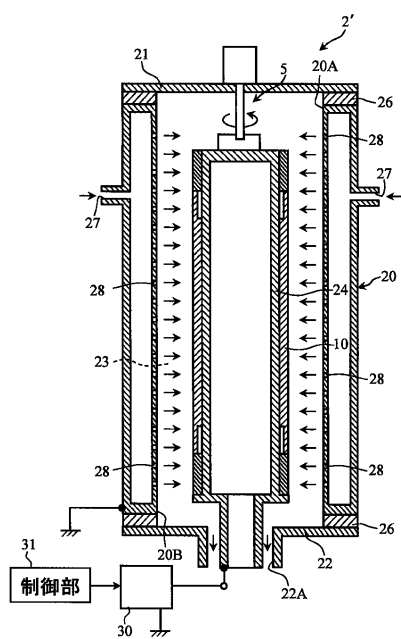
【図 1】



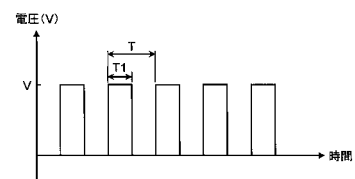
【図 2】



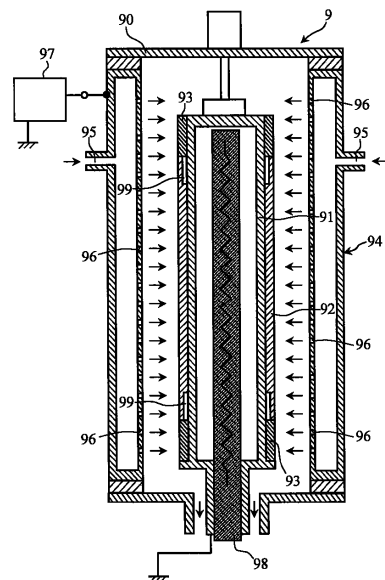
【図 3】



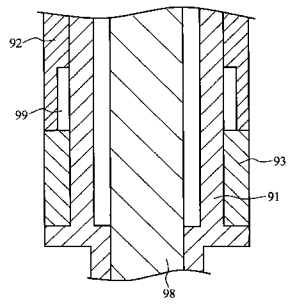
【図 4】



【図 5】



【図 6】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開平 0 4 - 2 8 5 1 7 6 (J P , A)
特開 2 0 0 3 - 1 2 9 2 4 3 (J P , A)
特開 2 0 0 2 - 2 8 5 3 3 9 (J P , A)
国際公開第 2 0 0 6 / 1 3 4 7 8 1 (W O , A 1)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
C 2 3 C 1 6 / 0 0 - 1 6 / 5 6
G 0 3 G 5 / 0 8
G 0 3 G 5 / 1 0