

【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 3 部門第 4 区分

【発行日】平成21年6月18日 (2009.6.18)

【公開番号】特開2007-297659(P2007-297659A)

【公開日】平成19年11月15日 (2007.11.15)

【年通号数】公開・登録公報2007-044

【出願番号】特願2006-125425(P2006-125425)

【国際特許分類】

C 2 3 G 1/26 (2006.01)

G 0 3 G 5/00 (2006.01)

G 0 3 G 5/10 (2006.01)

G 0 3 G 5/08 (2006.01)

【F I】

C 2 3 G 1/26

G 0 3 G 5/00 1 0 1

G 0 3 G 5/10 B

G 0 3 G 5/08 3 5 0

G 0 3 G 5/08 3 6 0

【手続補正書】

【提出日】平成21年4月22日 (2009.4.22)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

アルミニウムを主成分とする円筒状基体に切削油を用いて旋盤による切削加工を施す切削工程と、加工後の円筒状基体を脱脂及び清浄化するための洗浄工程とを有する円筒状基体の洗浄方法において、

前記円筒状基体を脱脂及び清浄化するための洗浄液が貯留された貯留槽と、前記円筒状基体表面の汚染状態及び / 又は前記洗浄液の汚染状態を検出する検出手段とを用いて前記円筒状基体の清浄化を行うことを特徴とする円筒状基体の洗浄方法。

【請求項 2】

前記洗浄工程が少なくとも脱脂工程、リンス工程及び乾燥工程を含み、少なくとも前記脱脂工程終了後又は前記乾燥工程終了後に前記円筒状基体表面の汚染状態を検出する請求項 1 に記載の円筒状基体の洗浄方法。

【請求項 3】

前記洗浄工程が少なくとも脱脂工程、皮膜形成工程、リンス工程及び乾燥工程を含み、少なくとも前記脱脂工程終了後、前記皮膜形成工程終了後又は前記乾燥工程終了後に前記円筒状基体表面の汚染状態を検出する請求項 1 に記載の円筒状基体の洗浄方法。

【請求項 4】

前記円筒状基体表面の汚染状態を検出する複数の検出手段を用い、それら複数の検出手段で前記円筒状基体の長手方向における異なる位置の汚染状態を検出する又は異なる種類の汚染物質を検出する請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の円筒状基体の洗浄方法。

【請求項 5】

前記洗浄工程が少なくとも脱脂工程、リンス工程及び乾燥工程を含み、少なくとも前記脱脂工程を行う脱脂槽内に貯留されている洗浄液又は前記リンス工程を行うリンス槽内に

貯留されている洗浄液の汚染状態を検出する請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の円筒状基体の洗浄方法。

【請求項 6】

前記洗浄工程が少なくとも脱脂工程、皮膜形成工程、リンス工程及び乾燥工程を含み、少なくとも前記脱脂工程を行う脱脂槽内に貯留されている洗浄液、前記皮膜形成工程を行う皮膜形成槽内に貯留されている洗浄液又は前記リンス工程を行うリンス槽内に貯留されている洗浄液の汚染状態を検出する請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の円筒状基体の洗浄方法。

【請求項 7】

前記洗浄液の汚染状態を検出する複数の検出手段を用い、それら複数の検出手段で前記洗浄工程に含まれる各々の工程にて異なる種類の汚染物質を検出する請求項 5 又は 6 に記載の円筒状基体の洗浄方法。

【請求項 8】

前記検出手段が所定の汚染を検出した場合、警報装置が稼働する請求項 1 ~ 7 のいずれかに記載の円筒状基体の洗浄方法。

【請求項 9】

前記検出手段が、前記円筒状基体表面の汚染状態及び / 又は前記洗浄液の汚染状態を IR スペクトルにより測定し、所定の波長における IR スペクトルの吸光度に基づいて前記汚染状態を検出する検出手段である請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の円筒状基体の洗浄方法。

【請求項 10】

前記検出手段が所定の汚染を検出した場合、前記検出手段から出力される信号に基づいて洗浄工程を停止させ、自動で、汚染が検出された貯留槽内に貯留された洗浄液を前記貯留槽から排出し、新しい洗浄液を前記貯留槽内に供給し、再び所定の洗浄条件になった時点で円筒状基板の洗浄を開始する請求項 1 ~ 9 のいずれかに記載の円筒状基体の洗浄方法。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0012

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0012】

一方、(C)の洗浄工程でアルミニウム表面に付着した汚物は、有機物汚染と洗浄シミの2つに大きく分けられる。有機物汚染は、切削工程でアルミニウム表面の酸化を防ぐためにコーティングされた切削油を脱脂槽にて完全に除去できなかった時に生じる場合がある。また、洗浄シミは、薬液によるシミと水によるシミとに分けることができる。薬液によるシミの1つ目の原因として、洗浄工程を繰り返し行うことにより、円筒状基体に付着した脱脂槽の薬液がリンス槽へと持ち込まれるためにリンス槽内の洗浄液が汚染されることが挙げられる。これにより、リンス工程後の円筒状基体表面に薬液が付着して薬液によるシミが発生する。また、もう1つの原因として、脱脂槽の温度上昇が挙げられる。これにより、円筒状基体自体の温度が上昇するため、脱脂槽からリンス槽への搬送中に円筒状基体表面が乾いてしまい、その結果、円筒状基体表面に付着していた薬液が固着するために薬液によるシミが発生する。そして、水によるシミの原因としては、リンス工程での洗浄液が完全に除去できない場合が挙げられる。これは、乾燥工程にて乾燥が適切に行われなかったために、円筒状基体表面に水滴が残ってしまい、これが乾くことによって水によるシミが発生する。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0022

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【 0 0 2 2 】

詳細に記述すると、本発明は、アルミニウムを主成分とする円筒状基体に切削油を用いて旋盤による切削加工を施す切削工程と、加工後の円筒状基体を脱脂及び清浄化するための洗浄工程とを有する円筒状基体の洗浄方法において、

前記円筒状基体を脱脂及び清浄化するための洗浄液が貯留された貯留槽と、前記円筒状基体表面の汚染状態及び／又は前記洗浄液の汚染状態を検出する検出手段とを用いて前記円筒状基体の清浄化を行うことを特徴とする円筒状基体の洗浄方法に関する。

## 【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 2 3

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【 0 0 2 3 】

上記のように、アルミニウムを母材とする円筒状基体表面及び／又は、前記円筒状基体を洗浄する貯留槽内に貯留された洗浄液の汚染状態を検出して厳密に管理することにより、経時的に発生する洗浄液の汚染や突発的な洗浄装置の異常に起因した異常成長部の発生を安定して抑制することが可能となる。この結果、画像欠陥の良好な電子写真感光体を安定して提供することが可能となった。更に、脱脂槽や皮膜形成槽内の洗浄液を能力が低下するまで使うことが可能となるため、メンテナンス回数が低減し、生産コストの低減が可能となった。

## 【手続補正 5】

【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 】

脱脂槽 1 1 の第 1 槽には、円筒状基体表面 1 0 1 に付着した切削油の除去ができたかを判別するために、円筒状基体表面 1 0 1 の汚染状態を検出するための汚染検出手段 1 0 2 が設置されている。また、リンス槽 3 0 第 2 槽には、脱脂槽 1 1 から持ち込まれた洗浄液による汚染を判別するために、リンス槽 1 3 内の洗浄液中の汚染状態を検出するための汚染検出手段 1 1 1 が設置されている。

## 【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 3 5

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【 0 0 3 5 】

切削加工後の円筒状基体 2 0 1 は、投入台 2 1 0 上に置かれた後、搬送機構 2 0 6 により脱脂槽に搬送される。図 5 は、図 2 の脱脂槽 2 1 の詳細図である。脱脂槽 5 1 内には、純水で希釈された界面活性剤の洗浄液 5 0 4 が貯留されており、貯留槽 5 0 3 と貯槽 5 1 2 の間を循環ポンプ 5 1 6 により洗浄液が循環している。このとき、洗浄液 5 0 4 は、ヒーター 5 1 7 及び冷却機構 5 1 8 により所定の温度となるように制御されている。また、槽内循環ポンプ 5 1 4 によって、槽内循環ライン 5 1 3 を通って槽内循環が行われている。搬送機構 5 0 6 は、搬送レール 5 1 9 と搬送アーム 5 2 1 よりなり、搬送アーム 5 2 1 は、搬送レール 5 1 9 上を移動する移動機構 5 2 0、円筒状基体 5 0 1 を保持するチャッキング機構 5 2 3 及びチャッキング機構 5 2 3 を上下させるためのエアシリンダー 5 2 2 よりなっている。

## 【手続補正 7】

【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 】

次に、円筒状基体 2 0 1 は、搬送機構 2 0 6 により皮膜形成槽に搬送される。図 6 は、図 2 の皮膜形成槽の詳細図である。皮膜形成槽 6 1 内には、純水にインヒビターを加えた洗浄液 6 0 4 が貯留されており、脱脂槽と同様に貯槽循環及び槽内循環が行われている。この皮膜形成槽 6 1 では、円筒状基体 6 0 1 表面に腐食防止のための皮膜の形成が行われる。皮膜形成工程が終了した後、受け台 6 0 9 により洗浄液 6 0 4 より取り出し、搬送機構 6 0 6 により引き上げられる。このとき、皮膜形成槽 6 1 内に貯留されている洗浄液 6 0 4 の汚染を検出する汚染検出手段 6 1 1 により皮膜形成工程後の洗浄液 6 0 4 の状態を測定する。

【手続補正 8】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 0 4 1

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 4 1 】

本発明において、アルミニウムを母材とする円筒状基体の洗浄工程は、前記円筒状基体表面の汚染状態、及び / 又は円筒状基体を脱脂及び清浄化するための貯留槽内に貯留された洗浄液の汚染状態の少なくとも 1 つを検出しながら円筒状基体の清浄化を行うことを特徴としている。

【手続補正 9】

【補正対象書類名】 明細書

【補正対象項目名】 0 0 4 4

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 4 4 】

ここでいう脱脂工程終了後とは、脱脂槽 1 1 内の洗浄液 1 0 4 ( 1 ) から取り出される、すなわち、円筒状基体が脱脂槽から引き上げられてから次の洗浄槽に浸漬するまでの間であり、同様に、乾燥工程終了後とは、乾燥槽 1 4 の処理液 1 0 4 ( 4 ) から取り出される、すなわち、乾燥槽 1 4 から引き上げられてから洗浄後ストッカー 1 0 8 に置かれるまでの間を意味する。

【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 4 6

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 4 6 】

皮膜形成工程終了後の円筒状基体表面の汚染状態を検出する場合、汚染検出手段にて検出する物質は、皮膜形成工程へと持ち込まれた脱脂工程で用いられる洗浄液を検出することが好ましい。ここでいう皮膜形成工程終了後とは、円筒状基体が皮膜形成槽 2 2 内の洗浄液 2 0 4 ( 2 ) から取り出される、すなわち、皮膜形成槽 2 2 から引き上げられてから次の洗浄槽に浸漬するまでの間を意味する。

【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 5 7

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【 0 0 5 7 】

本発明において、異なる機能を有する洗浄槽の少なくとも２つ以上に、少なくとも２つ以上の汚染検出手段を用いて汚染を検出する場合には、図３のように、円筒状基体表面の汚染状態を検出する汚染検出手段３０２の測定位置が円筒状基体３０１（ｂ）の長手方向で異なることが好ましい。また、前記洗浄液の汚染状態を検出する汚染物質が各洗浄槽で異なることが好ましい。更に、円筒状基板表面と前記洗浄液の汚染状態が異なる洗浄槽にて検出を行う場合には、検出する汚染物質が各槽で異なる種類であることが好ましい。

【手続補正１２】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】００６２

【補正方法】変更

【補正の内容】

【００６２】

図８は、洗浄液８０４として薬液を用いる脱脂槽及び皮膜形成槽等の貯槽を有する洗浄槽における自動洗浄液交換工程を説明するための概略説明図である。貯留槽８０３内に貯留された洗浄液８０４の汚染を汚染検出手段８１１が検出した場合、汚染検出手段８１１より出力された信号により制御部８２８が、循環ラインポンプ８１４、貯留槽供給用ポンプ８１６を止め、ヒーター８１７を切る。その後、開閉バルブ８２４を開き、貯留槽８０３、循環ライン８１３及び貯槽８１２に入っている洗浄液を排出する。貯留槽８０３及び貯槽８１２に設置されている不図示の液面センサーにより貯留槽８０３及び貯槽８１２内に洗浄液が無くなったことを検出した後、液面センサーより出力された信号により開閉バルブ８２４を閉め、次に予備貯槽開閉バルブ８２６を開き、予備貯槽ポンプ８２５を稼働して予備貯槽８２７から貯槽８１２へと新しい洗浄液を供給する。貯槽８１２の液面センサーが貯槽８１２への洗浄液の供給を識別した後、貯留槽供給用ポンプ８１６、ヒーター８１７を稼働させる。貯留槽８０３の液面センサーが洗浄液の所定の貯留量を識別した後、循環ラインポンプ８１４を稼働させる。予備貯槽の不図示の液面センサーが液面を検出したら、予備貯槽ポンプ８２５を止め、予備貯槽開閉バルブ８２６を閉める、新しい洗浄液の交換を終了する。新しい洗浄液の交換終了後、所定の温度まで洗浄液が昇温された後、再び洗浄工程が稼働する。

【手続補正１３】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】００６３

【補正方法】変更

【補正の内容】

【００６３】

図９は、リンス槽及び乾燥槽等の貯槽の無い洗浄槽における自動洗浄液交換工程を説明するための概略説明図である。貯留槽９０３内に貯留された洗浄液９０４の汚染を汚染検出手段９１１が検出した場合、汚染検出手段９１１より出力された信号により制御部９２８が、供給ラインからの供給を止めた後、循環ラインポンプ９１４を止める。その後、開閉バルブ９２４を開き、貯留槽９０３及び循環ライン９１３内の洗浄液９０４を排出する。貯留槽９０３に設置されている不図示の液面センサーにより貯留槽９０３に洗浄液９０４が無くなったことを検出した後、液面センサーより出力された信号により開閉バルブ９２４を閉めた後、供給ラインを開いて洗浄液９０４を供給する。貯留槽９０３の液面センサーが洗浄液の所定の貯留量を識別した後、循環ラインポンプ９１４を稼働させ、新しい洗浄液の交換を終了する。新しい洗浄液の交換終了後、所定の温度まで洗浄液が昇温された後、再び洗浄工程が稼働する。

【手続補正１４】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】０１０２

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 1 0 2 】

【 表 1 】

	脱脂槽	皮膜形成槽	リンス槽	乾燥槽
処理剤	界面活性剤+純水	珪酸塩+純水	純水	純水
温度	40℃	25℃	25℃	45℃
処理時間	120秒	60秒	60秒	5秒
その他	超音波処理	—	—	—
汚染検知手段	基体表面	有り	無し	有り
	洗浄液	無し	有り	無し
汚染検知物質	切削油	界面活性剤	—	水

## &lt; 洗浄工程 1 &gt;

まず、全工程の貯留槽を清掃し、新しい洗浄液に交換した。各貯留槽内に貯留されている洗浄液の温度が表1の条件で安定したのを確認した後、洗浄前ストッカーに置かれた円筒状基体を搬送アームにより脱脂槽へと搬送する。搬送された円筒状基体は、界面活性剤として、アルミ用侵食低起泡性液状脱脂剤（ヘンケルジャパン（株）社、商品名；a l m e c o C T - 29）を純水で30倍に希釈した洗浄液に浸透させ、約40kHzの超音波を5W/リットルの出力で超音波処理を所定の時間行った。脱脂槽での洗浄が終了後、搬送アームにより脱脂槽より円筒状基体が完全に引き上げられた時に、円筒状基体上端から30mm位置を円筒状基体表面の汚染を検出するためのIRスペクトルによる汚染検出手段（株式会社チノー製；赤外線多成分計IRMA52S2）により、比較波長3.20μm、汚染検出用波長3.38μmでの吸光度を測定した。そして、比較波長の吸光度を基準とした時の汚染検出用波長3.38μmの吸光度から、円筒状基体表面に付着した切削油の吸光度を求めた。この3.38μmの波長は、下記に示す<IRスペクトル測定>により切削油を測定した際に最も吸収率の高い波長である。また、3.20μmの波長は、切削油を測定した際に変化が見られなかった波長である。

【 手続補正 1 5 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 1 0 3

【 補正方法 】 変更

【 補正の内容 】

【 0 1 0 3 】

次に、皮膜形成槽に円筒状基体を搬送し、水温25℃に制御した純水（10M / cm）に珪酸カリウム（日本化学工業株式会社製；商品名；A珪酸カリ）を純水で0.5%に希釈した洗浄液中に円筒状基体を浸漬させた。皮膜形成槽での洗浄が終了後、円筒状基体が完全に洗浄液から搬出された時点で、皮膜形成槽内の洗浄液の汚染を検出するためのIRスペクトルによる汚染検出手段（株式会社チノー製；赤外線多成分計IRMA61S2 + IR - WCC1）により、比較波長として2.10μm、汚染検出用波長2.31μmでの吸光度を測定した。そして、比較波長の吸光度を基準とした時の汚染検出用波長2.31μmの吸光度から、皮膜形成槽内に貯留されている洗浄液中の界面活性剤の吸光度を求めた。この2.31μmの波長は、下記に示す<IRスペクトル測定>により脱脂工程で用いられる界面活性剤を測定した際に吸収率の高い波長である。また、2.10μmの波長は、界面活性剤を測定した際に吸収率に変化が見られなかった波長である。

【 手続補正 1 6 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 1 0 7

【 補正方法 】 変更

【 補正の内容 】

【 0 1 0 7 】

但し、各汚染検出手段の警報出力設定として、脱脂槽に設置した汚染検出手段は吸光度が0.30、脱脂槽は0.40、乾燥槽は0.35とし、各汚染検出手段から警報が出力された場合には、手動にて汚染が検出された洗浄槽内の洗浄液を交換した。

## &lt; I R スペクトル測定 &gt;

200のシリコンウエハを1cm×3cmの大きさに切断し、この切断片をアセトンの入った金属パットに入れ、約40kHzの超音波洗浄機で10分処理した。超音波洗浄終了後、オープンにより110度で1時間加熱し乾燥させた。

【手続補正17】

【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】

但し、各汚染検出手段の警報出力設定として、脱脂槽に設置した汚染検出手段は吸光度が0.30、脱脂槽は0.40、乾燥槽は0.35とし、各汚染検出手段から警報が出力された場合には、自動で汚染が検出された洗浄槽内の洗浄液を交換した。