



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2008년07월09일
(11) 등록번호 10-0845372
(24) 등록일자 2008년07월03일

(51) Int. Cl.
C23C 14/00 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2006-0084461
(22) 출원일자 2006년09월04일
심사청구일자 2006년09월04일
(65) 공개번호 10-2007-0026251
(43) 공개일자 2007년03월08일
(30) 우선권주장
JP-P-2005-00257083 2005년09월05일 일본(JP)
(56) 선행기술조사문헌
JP12087218 A*
JP12119843 A*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
가부시키키가이샤 고베 세이코쇼
일본 효고켄 고베시 주오쿠 와키노하마쵸 2쵸메 10반26고
(72) 발명자
아카리 고이찌로
일본 효고켄 다카사고시 아라이쵸 신하마 2쵸메 3반 1코가부시키키가이샤 고베 세이코쇼 다카사고 세이사꾸쇼 내
오오따 아키히로시
일본 효고켄 다카사고시 아라이쵸 신하마 2쵸메 3반 1코가부시키키가이샤 고베 세이코쇼 다카사고 세이사꾸쇼 내
(74) 대리인
성재동, 주성민

전체 청구항 수 : 총 5 항

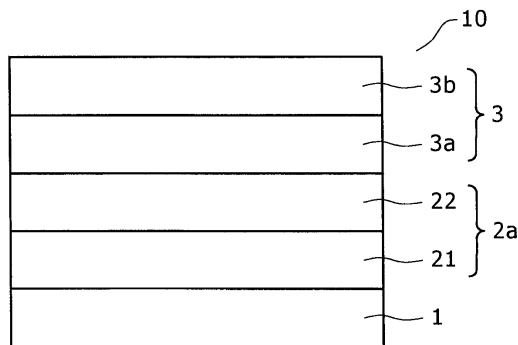
심사관 : 이근희

(54) 유사 다이아몬드 카본 경질 다층 필름 형성 본체 및 이를제조하는 방법

(57) 요약

본 발명에 따른 유사 다이아몬드 카본 경질 다층이 형성된 필름 본체는, 기재와, 주로 유사 다이아몬드 카본으로 구성된 유사 다이아몬드 카본 필름과, 상기 기재와 유사 다이아몬드 카본 필름 사이의 중간층을 포함한다. 상기 유사 다이아몬드 카본 필름은 기재측으로부터 순서대로, 제1 유사 다이아몬드 카본 필름과 제2 유사 다이아몬드 카본 필름으로 구성된다. 상기 제1 유사 다이아몬드 카본 필름의 표면 경도는 나노 인덴테이션 테스트(nano indentation test)를 기초로 10 GPa 이상 40 GPa 이하의 범위 내에 있고, 상기 제2 유사 다이아몬드 카본 필름의 표면 경도는 나노 인덴테이션 테스트를 기초로 40 GPa 초과 90 GPa 이하의 범위 내에 있다. 이러한 구조에 따르면, 최외부 표면 상에 높은 경도의 DLC 필름을 포함한 DLC 다층 필름이 초경합금과 같은 높은 경도 물질로부터 낮은 경도의 철 계열 물질까지 넓은 범위에 이르는 기재에 대해 약 3 μm 이상의 두께로 형성될 때조차도, 우수한 내마모성 뿐만 아니라 기재와 DLC 필름 모두에 대한 우수한 접합성이 달성된다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

삭제

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

유사 다이아몬드 카본 경질 다층 필름 형성 본체를 제조하는 방법이며,

상기 유사 다이아몬드 카본 경질 다층 필름 형성 본체는,

기재와, 유사 다이아몬드 카본으로 구성된 유사 다이아몬드 카본 필름과, 상기 기재와 유사 다이아몬드 카본 필름 사이의 중간층을 포함하며,

상기 유사 다이아몬드 카본 필름은 기재측으로부터 순서대로, 제1 유사 다이아몬드 카본 필름과 제2 유사 다이아몬드 카본 필름으로 구성되고,

상기 제1 유사 다이아몬드 카본 필름의 표면 경도는 나노 인덴테이션 테스트(nano indentation test)를 기초로 10 GPa 이상 40 GPa 이하의 범위 내에 있고,

상기 제2 유사 다이아몬드 카본 필름의 표면 경도는 나노 인덴테이션 테스트를 기초로 40 GPa 초과 90 GPa 이하의 범위 내에 있고,

상기 방법은,

기재를 준비하는 단계와, 스퍼터링에 의해 상기 기재 상에 중간층을 형성하는 단계와, 스퍼터링에 의해 상기 중간층 상에 제1 유사 다이아몬드 카본 필름을 형성하는 단계와, 캐소드 방전형 아크 이온 도금에 의해 제1 유사 다이아몬드 카본 필름 상에 제2 유사 다이아몬드 카본 필름을 형성하는 단계를 포함하는 방법.

청구항 7

제6항에 있어서, 하나의 진공 챔버 내에 제공된 캐소드 방전형 아크 이온 도금 증착원과 스퍼터링 증착원을 갖는 혼합형 도금 장치가,

스퍼터링에 의해 중간층을 형성하는 단계와, 스퍼터링에 의해 상기 제1 유사 다이아몬드 카본 필름을 형성하는 단계와, 캐소드 방전형 아크 이온 도금에 의해 제2 유사 다이아몬드 카본 필름을 형성하는 단계에 사용되는 방법.

청구항 8

제6항에 있어서, 상기 스퍼터링에 의해 중간층을 형성하는 단계는 언발란스 마그네트론 스퍼터링에 의한 형성 프로세스를 포함하는 방법.

청구항 9

제6항에 있어서, 상기 스퍼터링에 의해 제1 유사 다이아몬드 카본 필름을 형성하는 단계는 언발란스 마그네트론

스퍼터링에 의한 형성 프로세스를 포함하는 방법.

청구항 10

제7항에 있어서, 상기 혼합형 도금 장치는 언발란스 마그네트론형 스퍼터링 증착원을 포함하는 방법.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

- <14> 본 발명은 최외부층 상에 유사 다이아몬드 카본 필름을 갖는 경질 다층 필름 형성 본체와, 그 제조 방법에 관한 것이다. 본 발명에 따른 유사 다이아몬드 카본 경질 다층 필름 형성 본체는 기재에 대한 우수한 접합성을 나타내기 때문에, 자동차 부품, 기계 부품, 정밀 공구, 절삭 공구 내에 내마모성을 특히 요하는 부재용 표면 보호 필름으로 사용되기에 적절하다.
- <15> 유사 다이아몬드 카본(이하 "DLC"라 한다)은 다이아몬드와 흑연 사이에 중간 특성을 갖는 비결정질 카본이며, 경질 카본, 경질 비결정질 카본, 비결정질 카본, 델모퍼스 카본(delmorphous carbon), i-카본, 다이아몬드형 카본 등으로 불린다. DLC는, 다이아몬드와 같은 높은 경도와 내마모성, 고체 윤활성(solid lubricity), 열전도성 및 화학적 안정성의 우수한 특성 때문에, 예컨대 내마모성을 요하는 부재용 보호 필름으로 사용된다.
- <16> 스퍼터링 또는 이온 도금과 같은 물리 증착법(PVD) 및 화학 증착법(CVD)이 DLC 필름을 형성하기 위한 방법으로 채택된다. 특히, 증착원으로서 고체 카본을 사용하는 (카본 타겟) 캐소드 방전형 아크 이온 도금(이하 AIP라 함)에 의해 형성된 DLC 필름은, CVD에 의해 형성된 DLC 필름에 비해 다이아몬드에 가까운 높은 경도를 갖고 수소를 포함하지 않기 때문에, 특히 내마모성을 요구하는 절삭 공구 등의 분야에 응용된다. 그러나, 높은 경도를 갖는 DLC 필름은 매우 큰 내부 응력을 갖고, 그 변형성은 극히 작다. 따라서, 기재와의 낮은 접합성에 의해 쉽게 분리되는 단점이 있다. 따라서, 기재에 대한 접합성을 향상시키기 위해 높은 경도를 갖는 DLC 필름의 두께를 약 0.1 μm 까지 극도로 소형화시키는 것이 제안되었다.
- <17> 본 발명자는 AIP에 의해 형성된 DLC 필름의 접합성을 향상시키기 위한 방법으로서 일본공개공보 제2000-87218호를 개시하는데, DLC 필름은 카본 타겟을 사용하여 캐소드 방전형 이온 도금에 의해 금속 또는 세라믹 기재의 표면 상에 형성되고, 기재 구성 원소와 필름 구성 원소로 구성된 두께 10 내지 500 Å의 혼합층이 DLC 필름과 기재 사이의 경계 내에 형성된다. 혼합층은 DLC 필름 형성 물질인 카본(C) 이온의 혼합 효과가 증강되도록, DLC 필름 형성시 도포 전압을 -400 내지 -5000 V로 제어하고 진공도를 10 mTorr 이상이 되지 않도록 제어하여 형성된다. Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Fe, Si 및 Al로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 원소를 포함하는 10 내지 1000 Å 두께의 중간층을 기재와 DLC 필름 사이에 형성하고, 그리고 이들 중간층 구성 원소와 DLC 필름 구성 원소를 포함하는 10 내지 500 Å 두께의 혼합층을 중간층과 DLC 필름 사이의 경계에 형성함으로써 DLC 필름에 대한 접합성이 더욱 향상될 수 있다. 따라서, 전술한 방법에 따라, 양호한 접합성을 가지고 형성된 높은 경도의 DLC 필름을 구비한 DLC 경질 필름 형성 본체(이하 DLC 형성 본체라 함)가 달성될 수 있다.
- <18> 그러나, 이 방법에서는, 전술한 바와 같이 혼합층을 형성하는데 C의 혼합 효과가 사용되기 때문에, 혼합층의 두께는 약 10 내지 500 Å의 좁은 범위로 한정된다. 따라서, (중간층을 갖지 않는 경우) 기재와 DLC 필름 사이에, 또는 (중간층을 갖는 경우) 중간층과 DLC 필름 사이에 경도차가 발생하여, 이러한 얇은 혼합층을 통해 배열된다. 기재가 초경합금(cemented carbide) 물질 또는 세라믹과 같이 비교적 높은 경도를 갖는 물질로 구성된 경우에는, 경도차가 비교적 작기 때문에 만족스러운 접합성이 나타난다. 그러나, 기재가 기계 부품에 일반적으로 사용되는 철 계열 기재와 같이 비교적 낮은 경도를 갖는 물질로 구성된 경우에는, DLC 필름이 쉽게 분리되는 문제가 생긴다. 최외부 표면 상에 DLC 필름을 포함하는 다층 필름(중간층과 DLC 필름을 포함한 다층 필름, 이하 DLC 다층 필름)의 두께가 약 3 μm 이상의 두께를 갖는다면, DLC 다층 필름의 전체 응력이 증가하기 때문에 이 문제는 현저하게 된다.
- <19> 한편, 본 발명자는 언발란스 마그네트론 스퍼터링(unbalanced magnetron sputtering, 이하 UBM 스퍼터링 또는 UBMS)을 사용하여 형성된, 기재와 DLC 필름 사이에 소정의 중간층을 포함하는 DLC 경질 다층 필름 형성 본체를 개시한다[일본공개공보(JP) 제2000-119843호, 미국특허공보(USP) 제6716540호, 및 일본공개공보(JP) 제2003-

171758호]. UBM 스퍼터링은 기재와 DLC 필름 모두에 우수한 접합성을 보이는 중간층을 형성할 뿐만 아니라, 높은 경도를 갖는 콤팩트한 DLC 필름을 형성한다.

- <20> 일반적인 스퍼터링과 UBM 스퍼터링은 도3 및 도4를 참조하여 비교 설명될 것이다.
- <21> 도3은 일반적인 스퍼터링용 캐소드 구조를 도시한 개략도이다. 도3에 도시된 바와 같이, 일반적인 스퍼터링에서는, 동일한 자성을 갖는 페라이트 자석이 원형 타겟의 중심 및 주변에 배치되어 타겟 물질의 근처에 자력선의 폐쇄 루프를 형성한다. 기재에 바이어스 전압이 인가되면, 타겟 물질을 구성하는 재료가 기재 상에 형성된다. 도4는 페라이트 자석을 사용하는 일 실시예를 도시하지만, Sm계 희토류 자석 또는 Nd계 희토류 자석이 사용될 수 있다.
- <22> 도4에 도시된 바와 같이, UBM 스퍼터링에서는, 다른 자성을 갖는 자석(도4에서는 중심에 페라이트 자석과 주변에 SmCo 자석)이 원형 타겟의 중심 및 주변에 각각 배치된다. 이렇게 다른 자석을 배치함으로써, 더 강한 자석으로부터 생성된 자력선의 일부가 기재의 근처에 더 멀리까지 도달한다. 결과적으로, 자력선을 따라 스퍼터링으로부터 생성된 플라즈마(예컨대, Ar 플라즈마)는 기재의 근처에 더 멀리까지 확산된다. UBM 스퍼터링에 따르면, 일반적인 스퍼터링에서보다 더 많은 Ar 이온 및 전자가 기재의 근처에 더 멀리까지 도달하는 진술한 자력선을 따라 기재에 도달한다(이온 보조 효과). 따라서, UBM 스퍼터링은 높은 경도를 갖는 콤팩트한 DLC 필름을 형성할 수 있다. 또한 균일한 비결정층을 형성할 수 있다.
- <23> 진술한 3개의 관련 종래 기술에는, 기재와 DLC 필름 사이에 배치된 중간층으로서, 기재측으로부터 순서대로 기재에 대한 접합성이 우수한 소정의 금속 또는 WC 혼합물, 및 이 금속 또는 WC 혼합물과 카본(C)을 함유한 비결정체로 구성된 2개층 구조의 중간층(JP 제2000-119843호 및 USP 제6716540호)과, UBM 스퍼터링을 사용한 4개층 구조의 중간층(JP 제2003-171758호)이 개시되어 있다. JP 제2000-119843호, USP 제6716540호 및 JP 제2003-171758호는 기재의 종류 및 중간층의 구조가 상이하다.
- <24> 특히, JP 제2000-119843호는 초경합금, Si 또는 Al₂O₃ 등의 절연 물질과 같은 기재와 DLC 필름 사이에 제공된 2개 층 구조의 중간층을 개시하는데, 중간층은 기재측으로부터 순서대로 W, Ta, Mo 및 Nb로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 금속으로 구성된 금속층(제1 층)과, 진술한 금속 중 하나 이상 및 카본을 포함하는 비결정층(제2 층)으로 구성된다.
- <25> USP 제6716540호 및 JP 제2003-171758호는 철 계열 기재의 사용시에조차 양호한 접합성을 갖는 DLC 필름을 커버할 수 있는 DLC 형성 본체를 제공하는 관점으로부터 만들어졌다. USP 제6716540호는 기재측으로부터 순서대로 Cr 및/또는 Al의 금속층(제1 층)과, 진술한 금속 중 하나 이상과 카본을 포함하는 비결정층(제2 층)으로 구성된 2개층 구조의 중간층을 개시하고 있다. JP 제2003-171758호는 기재측으로부터 순서대로 Cr 및/또는 Al의 금속층(제1 층)과, Cr 및/또는 Al의 금속과 W, Ta, Mo 및 Nb로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 금속의 혼합층(제2 층)과, W, Ta, Mo 및 Nb로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 금속의 금속층(제3 층)과, W, Ta, Mo 및 Nb로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 금속과 카본(C)을 포함하는 비결정층(제4 층)으로 구성된 제1 중간층, 그리고 기재측으로부터 순서대로 Cr 및/또는 Al의 금속층(제1 층)과, Cr 및/또는 Al의 금속과 주로 WC로 구성된 혼합물의 혼합층(제2 층)과, 주로 WC로 구성된 혼합물층(제3 층)과, 주로 WC로 구성된 혼합물과 카본(C)을 포함하는 비결정층(제4 층)으로 구성된 제2 중간층을 개시하고 있다. USP 제6716540호에 개시된 DLC 형성 본체는 특히 고속 공구강(HSS)과 같은 비교적 높은 경도를 가지면서 철 계열 기재에 대한 접합성이 우수한 반면, JP 제2003-171758호에 개시된 DLC 형성 본체는 베어링강, 스테인리스강 또는 탄소강과 같은 비교적 낮은 경도를 가지면서 철 계열 기재에 대한 접합성이 우수하다.
- <26> JP 제2000-119843호, USP 제6716540호 및 JP 제2003-171758호에 기재된 방법에 따르면, 기재의 종류에 따라 적절한 중간층이 배치되기 때문에, 비교적 두꺼운 DLC 다층 필름이 형성되더라도, 기재와 DLC 필름 모두에 대해 우수한 접합성을 갖는 DLC 형성 본체가 달성될 수 있다.
- <27> 그러나, UBM 스퍼터링을 포함한 스퍼터링이 원재료로 카본 이온을 사용하는 AIP에서와 같이 극히 높은 경도를 갖는 DLC 필름을 형성하는 것은 이론적으로 어렵다. 따라서, 스퍼터링을 사용하여 형성된 DLC 필름은 AIP를 사용하여 형성된 DLC 필름에 비해 내마모성이 떨어진다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

- <28> 진술한 상황들의 관점으로부터, 본 발명은 예컨대 최외부 표면 상에 높은 경도의 DLC 필름을 포함한 DLC 다층 필름이 초경합금과 같은 높은 경도 물질로부터 낮은 경도의 철 계열 물질까지 넓은 범위에 이르는 기재에 대해

약 3 μm 이상의 두께로 형성될 때조차도, 우수한 내마모성 뿐만 아니라 기재와 DLC 필름 모두에 대한 우수한 접합성을 갖는 DLC 형성 본체, 및 이런 DLC 형성 본체를 제조하는 방법을 제공하는 것을 그 목적으로 한다.

- <29> 전술한 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 유사 다이아몬드 카본 경질 다층 필름 형성 본체는 기재와, 주로 유사 다이아몬드 카본으로 구성된 유사 다이아몬드 카본 필름과, 상기 기재와 유사 다이아몬드 카본 필름 사이의 중간층을 포함하며, 상기 유사 다이아몬드 카본 필름은 기재측으로부터 순서대로, 제1 유사 다이아몬드 카본 필름과 제2 유사 다이아몬드 카본 필름으로 구성되고, 상기 제1 유사 다이아몬드 카본 필름의 표면 경도는 나노 인덴테이션 테스트(nano indentation test)를 기초로 10 GPa 이상 40 GPa 이하의 범위 내에 있고, 상기 제2 유사 다이아몬드 카본 필름의 표면 경도는 나노 인덴테이션 테스트를 기초로 40 GPa 초과 90 GPa 이하의 범위 내에 있다.
- <30> 전술한 구조를 갖는 유사 다이아몬드 카본 경질 다층 필름 형성 본체에서, 상기 제2 유사 다이아몬드 카본 필름의 표면 경도는 제1 유사 다이아몬드 카본 필름과 제2 유사 다이아몬드 카본 필름 사이에 경계측으로부터 제2 유사 다이아몬드 카본 필름의 최외부층쪽으로 계단식으로 또는 연속적으로 증가하는 것이 바람직하다.
- <31> 전술한 구조를 갖는 유사 다이아몬드 카본 경질 다층 필름 형성 본체에서, 상기 기재는 초경합금 물질로 구성되고, 상기 중간층은 기재측으로부터 순서대로 W, Ta, Mo 및 Nb로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 금속으로 구성된 제1 금속층과, W, Ta, Mo 및 Nb로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 금속 및 C를 포함하는 비결정층으로 구성된다.
- <32> 다르게는 전술한 구조를 갖는 유사 다이아몬드 카본 경질 다층 필름 형성 본체에서, 상기 기재는 철 계열 기재로 구성되고, 상기 중간층은 기재측으로부터 순서대로 Cr 및/또는 Al로 구성된 제2 금속층과, Cr 및/또는 Al 중 하나 이상의 금속과 W, Ta, Mo 및 Nb로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 금속으로 구성된 혼합 금속층과, W, Ta, Mo 및 Nb로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 금속으로 구성된 제1 금속층과, W, Ta, Mo 및 Nb로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 금속 및 C를 포함하는 비결정층으로 구성된다.
- <33> 전술한 구조를 갖는 유사 다이아몬드 카본 경질 다층 필름 형성 본체에서, 상기 중간층의 두께는 상기 유사 다이아몬드 카본 경질 다층 필름 형성 본체의 전체 두께에 대해 10 % 이상 50 % 이하의 범위 내에 있고, 상기 제2 유사 다이아몬드 카본 필름의 두께는 중간층을 제외한 유사 다이아몬드 카본 경질 다층 필름 형성 본체의 전체 두께에 대해 50 % 이상 90 % 이하의 범위 내에 있다.
- <34> 전술한 목적을 달성할 수 있는 본 발명에 따른 유사 다이아몬드 카본 경질 다층 필름 형성 본체를 제조하는 방법은 전술한 유사 다이아몬드 카본 경질 다층 필름 형성 본체 중 임의의 것을 제조하는 방법이며,
- <35> (a) 기재를 준비하는 단계와,
- <36> (b) 스퍼터링에 의해 상기 기재 상에 중간층을 형성하는 단계와,
- <37> (c) 스퍼터링에 의해 상기 중간층 상에 제1 유사 다이아몬드 카본 필름을 형성하는 단계와,
- <38> (d) 캐소드 방전형 아크 이온 도금에 의해 제1 유사 다이아몬드 카본 필름 상에 제2 유사 다이아몬드 카본 필름을 형성하는 단계를 포함한다.
- <39> 전술한 유사 다이아몬드 카본 경질 다층 필름 형성 본체를 제조하는 방법에서, (b), (c) 및 (d) 단계에서는 하나의 진공 챔버 내에 제공된 캐소드 방전형 아크 이온 도금 증착원과 스퍼터링 증착원을 갖는 혼합형 도금 장치가 사용된다.
- <40> 유사 다이아몬드 카본 경질 다층 필름 형성 본체를 제조하는 방법에서, 바람직하게는 단계 (b)는 언발란스 마그네트론 스퍼터링에 의한 형성 프로세스를 포함한다.
- <41> 유사 다이아몬드 카본 경질 다층 필름 형성 본체를 제조하는 방법에서, 바람직하게는 단계 (c)는 언발란스 마그네트론 스퍼터링에 의한 형성 프로세스를 포함한다.
- <42> 유사 다이아몬드 카본 경질 다층 필름 형성 본체를 제조하는 방법에서, 바람직하게는 혼합형 도금 장치는 언발란스 마그네트론 스퍼터링 증착원을 포함한다.
- <43> 본 발명의 유사 다이아몬드 카본 경질 다층 필름 형성 본체는 전술한 구조로 인해 기재와 DLC 필름 사이에 접합성이 현저하게 강화되고 내마모성도 우수하게 된다. 본 발명에 따르면, 최외부 표면층으로서 DLC 필름을 포함하는 DLC 다층 필름이 초경합금에서부터 낮은 경도를 갖는 철 계열 물질까지 이르는 넓은 범위의 기재 상에 3

1 μ m 이상의 두께로 형성되더라도 우수한 접합성 및 내마모성이 보장될 수 있다.

발명의 구성 및 작용

- <44> 본 발명자는 AIP 및 스퍼터링에 유의하여 기재의 종류와 무관하게 DLC 다층 필름이 두껍게 형성되더라도 우수한 내마모성 뿐만 아니라 DLC 필름과 기재 모두에 대한 우수한 접합성을 보이는 DLC 형성 본체를 제공하기 위해 진지하게 연구했다.
- <45> 전술한 바와 같이, AIP는 특히 만족스러운 내마모성을 보장하면서 양호한 접합성을 갖는 초경합금과 같은 높은 경도의 기재 상에 높은 경도를 갖는 DLC 필름을 형성할 수 있지만, 예컨대 낮은 경도를 갖는 철 계열 기재 등에 대해 접합성은 충족되지 않았다. 또한, 약 3 μ m 이상의 두꺼운 DLC 다층 필름의 형성은 접합성을 감소시킨다는 문제가 있었다. 한편, UBM 스퍼터링과 같은 스퍼터링은 JP 제2000-119843호, USP 제6716540호 및 JP 제2003-171758호에 설명된 바와 같이 기재의 종류에 따라 적절한 중간층을 형성함으로써 기재와 DLC 필름 모두에 우수한 접합성을 보이는 DLC 형성 본체를 형성할 수 있는 반면, 높은 경도를 갖는 DLC 필름을 형성하는 것이 어렵기 때문에 내마모성에 결함이 있다는 문제가 있었다.
- <46> 본 발명자는 AIP와 스퍼터링에 의한 필름 형성 프로세스의 특징을 이용함으로써 접합성과 내마모성 모두를 갖는 높은 경도의 DLC 형성 본체를 제공하기 위해 연구했다. 그 결과, 발명자들은 경도가 상이한 2개층 구조를 갖는 DLC 필름에서 중간층과 중간층 상에 제공된 낮은 경도를 갖는 DLC 필름(제1 DLC 필름)을 스퍼터링에 의해 형성하고, 최외부층 상에 제공된 높은 경도를 갖는 DLC 필름(제2 DLC 필름)을 AIP에 의해 형성하는 복합 프로세스를 채택하면 기대했던 목적이 성공적으로 달성된다는 것을 발견하고 본 발명에 이른 것이다.
- <47> 본 발명의 DLC 형성 본체는 DLC 필름으로서, 낮은 경도를 갖는 제1 DLC 필름과 높은 경도를 갖는 제2 DLC 필름으로 구성된 2개 층의 DLC 필름이 양호한 접합성을 갖고 제공된다는 특징이 있다. 기재와 DLC 필름 모두에 대해 우수한 접합성을 보이는 소정의 중간층이 기재의 종류에 따라 기재와 DLC 필름 사이에 제공된다. 중간층으로는, 예컨대 JP 제2000-119843호, USP 제6716540호 및 JP 제2003-171758호에 개시된 중간층이 사용된다.
- <48> 본 발명에 따른 DLC 형성 본체의 양호한 실시예가 도면을 참조하여 설명될 것이다. JP 제2000-119843호 및 JP 제2003-171758호에 개시된 중간층의 예가 이어지는 양호한 실시예에 예시적으로 사용되지만, 중간층의 종류는 이에 한정되지 않는다. 예컨대, USP 제6716540호에 개시된 중간층은 고속 공구강과 같은 비교적 높은 경도를 갖는 철 계열 물질의 사용에 효과적이다. 실시예2에서는, JP 제2003-171758호에 개시된 제2 중간층이 사용될 수도 있다.
- <49> [제1 실시예]
- <50> 본 발명에 따른 DLC 형성 본체의 제1 실시예(제1 DLC 형성 본체)가 도1을 참조로 설명된다. 제1 DLC 형성 본체는 예컨대, 초경합금 물질과 같은 비교적 높은 경도를 갖는 기재의 사용에 대해 유용하며, 전형적으로 JP 제2000-119843호에 개시된 중간층이 중간층으로써 사용된다.
- <51> 도1에 도시된 바와 같이 제1 DLC 형성 본체(10)는 기재(1)와, 유사 다이아몬드 카본으로 주로 구성된 유사 다이아몬드 카본 필름(DLC 필름, 3)과, 기재(1)와 DLC 필름(3) 사이에 중간층[2, 후술되는 제2 중간층과 구별하기 위해 제1 중간층(2a)이라 한다]을 포함한다.
- <52> DLC 필름(3)은 기재(1)측으로부터 순서대로, 제1 DLC 필름(3a)과 제2 DLC 필름(3b)으로 구성되며, 제1 DLC 필름(3a)의 표면 경도는 (예에서 칼럼에 기재된) 나노 인덴테이션 테스트(nano indentation test)를 기초로 10 GPa 이상 40 GPa 이하의 범위 내에 있고 제2 DLC 필름(3b)의 표면 경도는 나노 인덴테이션 테스트를 기초로 40 GPa 초과 90 GPa 이하의 범위 내에 있다. 뒤에 상세히 설명하는 바와 같이 제1 DLC 필름(3a)은 스퍼터링(바람직하게는, UBM 스퍼터링)에 의해 형성되고 제2 DLC 필름(3b)은 AIP에 의해 형성되기 때문에, 최외부면 상에는 중간층에 대한 접합성이 우수한 높은 경도의 DLC 필름이 형성된다.
- <53> 제1 DLC 필름(3a)의 표면 경도는 중간층(2a)에 대한 접합성을 증강시키도록 10 GPa 이상 40 GPa 이하의 범위, 바람직하게는 20 GPa 이상 30 GPa 이하의 범위 내로 제어된다. 제2 DLC 필름(3b)의 표면 경도는 원하는 내마모성을 보장하도록 40 GPa 초과 90 GPa 이하의 범위, 바람직하게는 50 GPa 이상 80 GPa 이하의 범위 내로 제어된다.
- <54> 제2 DLC 필름(3b)의 표면 경도는 바람직하게는 제1 DLC 필름(3a)과 제2 DLC 필름(3b) 사이에 경계측으로부터 제2 DLC 필름(3b)의 최외부 표면층쪽으로 계단식으로 또는 연속적으로 증가한다. 이에 따르면, 제1 DLC 필름(3a)과 제2 DLC 필름(3b) 사이의 접합성은 더욱 증강된다.

- <55> 제1 DLC 필름(3a)은 DLC만으로 구성될 수 있지만, W, Ta, Mo, Nb, Cr 및 Al로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 금속(중간층에 사용되는 제1 금속 및 제2 금속)을 포함할 수 있다. 이에 따르면, 제1 DLC 필름(3a) 자체의 내부 응력이 완화되어 결과적으로 기재(1)의 변형성 뿐만 아니라 인성을 향상시키기 때문에, DLC 필름(3)의 분리가 억제된다. 전술한 금속은 바람직하게는 5 원자%(atomic %) 이상 20 원자% 이하의 범위 내로 DLC 필름에 함유된다. 5 원자% 이상의 금속이 첨가되면, 응력 완화 효과가 유효하게 나타난다. 그러나, 금속의 초과적인 추가는 DLC 필름(3a)의 경도를 지나치게 감소시키기 때문에, 바람직하게는 상한이 20 원자%로 설정된다.
- <56> 중간층(2a)의 구조가 설명된다.
- <57> 본 실시예에 사용된 중간층(2a)은 이하에서 설명되는 바와 같이, 기재(1)측으로부터 순서대로, 제1 금속층(21, 제1 층)과 비결정층(22, 제2 층)으로 구성된 2개층 구조를 갖는다. 본 명세서에서는, 편의상 W, Ta, Mo 및 Nb로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 금속(제1 금속)으로 구성된 층을 "제1 금속층"이라 하고, Cr/Al의 금속(제2 금속)으로 구성된 층을 "제2 금속층"이라 한다.
- <58> 제1 층은 W, Ta, Mo 및 Nb로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 금속을 포함하는 제1 금속으로 구성된 층(21)이다. 제1 금속층(21)은 독립적으로 제1 금속을 포함하거나, 이들 중 2개 이상으로 구성된 혼합층일 수 있다. 다르게는, 제1 금속의 일부가 합금된 합금층일 수 있다.
- <59> 제2 층은 W, Ta, Mo 및 Nb로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 금속과 C를 포함하는 비결정층(22)이다. 제2 층은 독립적으로 제1 금속을 포함하거나, 이들 중 2개 이상을 조합으로 포함할 수 있다. 비결정층이란 투과 전자 현미경 관측(배율: 약 100,000배)시 결정상 또는 미세한 침전물 층이 확인되지 않는 층을 의미한다. 본 발명에 따르면, 제1 층을 형성하는 W와 같은 제1 금속과 C로 구성된 비결정층은 무른 탄화물층이 형성되지 않고 형성되므로, 중간층(2a)의 내부 분리 또는 파손이 방지될 수 있다. 또한, 최외부 표면층을 형성하는 DLC 필름(3)이 비결정질이기에 때문에, DLC 필름(3)과 비결정층(22) 사이에 접합성도 보장된다.
- <60> 비결정층(22)을 형성하는 제1 금속의 농도(그리고 카본 농도)는 사실상 일정하다. 그러나, 제1 금속은 바람직하게는 기재(1)측으로부터 DLC 필름(3)쪽(표면층 쪽)으로 계단식으로 또는 연속적으로 감소된다(즉, 카본 농도는 0%에서 100%로 증가한다). 이에 따르면, 다층 필름으로 구성된 DLC 형성 본체(10)의 기계적 특성이 기재(1)측으로부터 DLC 필름(3) 쪽으로 계단식으로 또는 연속적으로 변하기 때문에, 열충격을 수반한 국부적인 응력 집중 등에 의해 야기되는 분리가 효과적으로 방지된다.
- <61> 본 실시예에서, 제1 층 및 제2 층을 형성하는 금속의 종류는 전술한 요건이 충족되지만 하면 동일하거나 상이할 수 있다. 제1 층에 사용되는 제1 금속은 W, Ta, Mo 및 Nb이기 때문에, 예컨대 W로 구성된 금속층(21)과 Ta 및 C로 구성된 비결정층(22)이 각각 제1 층과 제2 층으로 채택될 수 있고, 이 경우에도 전술한 효과가 나타난다. 더욱 우수한 효과를 보장하기 위해, 제1 층과 제2 층은 바람직하게는 동일한 종류의 금속을 포함하도록 형성되고, 더욱 바람직하게는 동일한 종류의 금속으로 형성된다. 예컨대, 바람직하게는 제1 층은 W로 구성된 금속층(21)이고 제2 층은 W, Ta 및 C로 구성된 비결정층(22)이며, 예시적으로 후술되는 바와 같이 더 바람직하게는 제1 층은 W로 구성된 금속층(21)이고 제2 층은 W 및 C로 구성된 비결정층(22)이다.
- <62> 제1 중간층(2a)의 두께(제1 층과 제2 층의 전체 두께)는 바람직하게는 DLC 다층 필름[중간층(2a)과 DLC 필름(3)으로 구성된 다층 필름]의 전체 두께에 대해 사실상 10 % 이상 50 % 이하의 범위 내에 설정된다. 이에 따르면, 중간층(2a)과 DLC 필름(3)의 효과를 해치지 않고 기재(1)와 DLC 필름(3) 사이에 우수한 접합성이 보장될 수 있다.
- <63> 제2 DLC 필름(3b)의 두께는 바람직하게는 중간층을 제외한 DLC 다층 필름의 전체 두께[또는 제1 DLC 필름(3a)과 제2 DLC 필름(3b)의 전체 두께]에 대해 사실상 50 % 이상 90 % 이하의 범위 내에 설정된다. 이에 따르면, DLC 다층 필름의 내마모성은 증강될 수 있다.
- <64> 본 실시예에서, 카본을 포함하는 응력 완화층(도시되지 않음)이 비결정층(22, 제2층)과 제1 DLC 필름(3a) 사이에 제공될 수 있다. C를 포함하는 이런 응력 완화층을 제공함으로써, 비결정층(22)과 제1 DLC 필름(3a) 사이의 경계에 집중된 응력이 완화되어 접합성을 더욱 향상시킬 수 있다. 응력 완화층의 효과를 유효하게 하기 위해서, 응력 완화층의 두께는 바람직하게는 제1 DLC 필름(3a)의 두께의 사실상 약 20 내지 80 % 범위 내로 설정된다.
- <65> 응력 완화층의 경도는 바람직하게는 제1 금속층(21, 제1 층)으로부터 DLC 필름(3) 쪽으로 계단식으로 또는 연속적으로 증가한다. 구체적으로, 응력 완화층의 경도는 바람직하게는 비결정층(22)과의 경계에서는 비결정층(2

2)의 경도에 가깝고, 제1 DLC 필름(3a)의 표면층 쪽으로 계단식으로 또는 연속적으로 증가하며, 제1 DLC 필름(3a)과의 경계에서는 제1 DLC 필름(3a)의 표면 경도와 사실상 동일하다. 응력 완화층과 비결정층(22) 사이의 경계에서의 경도 차이는 바람직하게는 약 10 GPa 이하이다. 이에 따르면, 인접한 층들의 경계에 집중된 응력이 최소화될 수 있기 때문에, 접합성은 더욱 향상된다.

- <66> 제1 DLC 형성 본체는 바람직하게는 기재(1)와 제1 금속층(21, 제1 층) 사이에 확산층을 더 포함한다. 이에 따르면, 기재(1)와 제1 층 사이에 접합성이 더욱 향상된다.
- <67> 기재(1)로서는, 예컨대 초경합금, 써멧(thermet), SiC 또는 Al₂O₃와 같은 절연 물질, (비커스 경도 약 1500 Hv 내지 2000 Hv를 갖는) 세라믹 물질 등이 사용된다.
- <68> [실시예2]
- <69> 본 발명에 따른 DLC 형성 본체의 제2 실시예(제2 DLC 형성 본체)가 도2를 참조로 설명될 것이다. 도2에서는, 제1 DLC 형성 본체와 중첩되는 부분에는 도1과 동일한 참조 부호가 부여된다.
- <70> 제2 형성 본체는 아래에서 상세하게 설명하는 바와 같이, 중간층이 4개층으로 형성되고, 철 계열 물질(바람직하게는, 베어링강과 같이 비교적 낮은 경도를 갖는 물질)이 기재로 사용된다는 점에서 제1 형성 본체와 다르다. 제2 형성 본체에 사용될 중간층으로서, JP 제2003-171758호에 개시된 중간층이 전형적으로 사용된다. 제1 DLC 형성 본체의 중간층과 비교하면, 제2 DLC 형성 본체의 제3 층(금속층)과 제4 층(비결정층)은 각각 제1 DLC 형성 본체의 제1 층과 제2 층에 대응한다. 제1 DLC 형성 본체와 중첩되는 부분[제3 층, 제4 층 및 DLC 필름(3)]에 대한 상세한 설명은 생략한다.
- <71> 도2에 도시된 바와 같이, 본 발명에 따른 제2 DLC 형성 본체(20)는 기재(1)와, 주로 DLC로 구성된 DLC 필름(3)과, 기재(1)와 DLC 필름(3) 사이에 중간층(2b, 제1 DLC 형성 본체의 중간층과 구별하기 위해 제2 중간층이라 한다)을 포함한다.
- <72> 중간층(2b)은 Cr 및/또는 Al로 구성된 제2 금속층(23, 제1 층)과, Cr 및/또는 Al의 금속과 W, Ta, Mo 및 Nb로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 금속으로 구성된 혼합 금속층(24, 제2 층)과, W, Ta, Mo 및 Nb로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상으로 구성된 제1 금속층(21, 제3 층)과, W, Ta, Mo 및 Nb로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 금속과 C를 포함하는 비결정층(22, 제4 층)으로 구성된 4개 층 구조를 갖는다.
- <73> 본 실시예에 따르면, 철 계열 기재에 대한 접합성이 우수한 Cr/Al 금속층(제1 층)이 철 계열 기재 상에 형성되고, DLC와 동일한 비결정질 C를 포함하는 비결정층(제4 층)이 DLC 필름 상에 형성되기 때문에, 철 계열 기재와 DLC 필름 모두에 대해 우수한 접합성이 보장된다. 중간층의 제2 층은 제1 층을 형성하는 Cr/Al의 금속을 더 포함하기 때문에, 제1 층에 대한 접합성도 우수하다. 제3 층은 제2 층을 형성하는 다른 금속(W, Ta, Mo 및 Nb)을 더 포함하기 때문에, 제2 층에 대한 접합성도 우수하다. 제4 층은 제3 층을 형성하는 다른 원소를 더 포함하기 때문에, 제3 층에 대한 접합성도 우수하다. 중간층을 형성하는 각 층의 성분은 그 위에 그리고 아래에 형성될 각 층에 대한 접합성을 보장하도록 조절되고 중간층의 내부에 분리 또는 파손을 야기하지 않도록 조절되기 때문에, 본 발명에 사용된 중간층은 DLC 다층 필름이 3 μm 이상의 두께로 형성되더라도 우수한 접합성을 보장할 수 있다.
- <74> 제1 층은 Cr 및/또는 Al의 제2 금속층(23)이다. 제2 금속층(23)은 철 계열 기재(1)와 기계적 특성 등이 유사하고, 철 계열 기재(1)에 대해 만족스러운 접합성을 보일 수 있다. 제2 금속층(23)은 Cr 또는 Al을 독립적으로 포함할 수 있고, Cr 및 Al 모두를 포함한 혼합층일 수 있다. 다르게는, Cr 및 Al의 일부가 합금된 합금층일 수 있다.
- <75> 제2 층은 제1층을 형성하는 제2 금속(Cr/Al)과 제3 층을 구성하는 제1 금속(W, Ta, Mo 및 Nb로 구성된 그룹)으로부터 선택된 하나 이상의 금속(으로 구성된 혼합 금속층(24)이다. 제1 및 제2 금속은 독립적으로 포함되거나, 또는 이들 중 2개 이상이 조합으로 사용될 수 있다.
- <76> 혼합 금속층(24)을 형성하는 제1 금속의 농도는 거의 일정하다. 제2 금속의 함량은 바람직하게는 철 계열 기재(1) 층으로부터 DLC 필름(3) 쪽(표면층 쪽)으로 계단식으로 또는 연속적으로 감소된다(또는 제2 금속의 농도는 100 %로부터 0 %로 감소한다). 이에 따르면, 혼합 금속층(24)의 기계적 특성은 제1 층 층으로부터 제3 층쪽으로 계단식으로 또는 연속적으로 변하며, 결과적으로 열충격에 의한 국부적 열 응력에 의해 야기되는 분리 등이 효과적으로 방지될 수 있다.

- <77> 제3 층 및 제4 층에 대한 설명은 생략한다.
- <78> 제2 중간층(2b)의 두께는 바람직하게는 제1 DLC 형성 본체와 같은 식으로 제어된다.
- <79> 제2 DLC 형성 본체에서도, 바람직하게는 제1 DLC 형성 본체와 같은 방식으로 비결정층(22, 제4 층)과 DLC 필름(3) 사이에 응력 완화층(도시되지 않음)이 추가로 형성된다. 기재(1)와 제2 금속층(23, 제1 층) 사이, 제2 금속층(23, 제1 층)과 혼합 금속층(24, 제2 층) 사이, 혼합 금속층(24, 제2 층)과 제1 금속층(21, 제3 층) 사이, 그리고 제1 금속층(21, 제3 층)과 비결정층(22, 제4 층) 사이 중 하나 이상에 확산층(도시되지 않음)이 추가로 제공될 수 있다. 따라서, 상세한 설명은 제1 DLC 형성 본체와 거의 같기 때문에 생략한다.
- <80> 철 계열 기재(1)로서는, 특별한 제한 없이 고속 공구강과 같은 비교적 높은 경도(비커스 경도 약 900 Hv)를 갖는 철 계열 물질과 약 200 Hv 내지 800 Hv의 비커스 경도를 갖는 낮은 경도를 갖는 철 계열 물질 모두를 포함한 임의의 철 계열 물질이 사용될 수 있다. 본 발명에서는, 예컨대 고속 공구강보다 낮은 경도를 갖는 베어링강, 스테인리스강, 탄소강 등을 포함한 낮은 경도의 철 계열 물질을 사용하는 것이 바람직하다.
- <81> 앞서, 본 발명에 따른 제2 DLC 형성 본체가 설명되었다.
- <82> 본 발명에 따른 제1 및 제2 DLC 형성 본체를 제조하는 방법이 설명될 것이다. 전술한 바와 같이, 제1 및 제2 DLC 형성 본체는 기재의 종류 및 중간층의 구조의 차이를 제외하고는 동일하기 때문에, 이들 형성 본체를 제조하는 방법은 총괄적으로 설명한다.
- <83> 본 발명에 따른 DLC 형성 본체를 제조하는 방법은 (a) 기재(1)를 마련하는 단계와, (b) 스퍼터링에 의해 기재(1) 상에 중간층(2)을 형성하는 단계와, (c) 스퍼터링에 의해 중간층(2) 상에 제1 유사 다이아몬드 카본 필름(2a)을 형성하는 단계와, (d) 캐소드 방전형 아크 이온 도금에 의해 제1 유사 다이아몬드 카본 필름(2a) 상에 제2 유사 다이아몬드 카본 필름(2b)을 형성하는 단계를 포함한다.
- <84> 전술한 기재(1)가 마련된다[단계(a)].
- <85> 그리고 스퍼터링에 의해 기재(1) 상에 중간층(2)이 형성된다[단계(b)].
- <86> 다양한 종류의 금속이 스퍼터링에 의해 쉽게 증착될 수 있는데, 예컨대 JP 제2000-119843호, USP 제6716540호 및 JP 제2003-171758호에 개시된 중간층과 같이 다양한 금속으로 구성된 중간층들이 쉽게 형성될 수 있다. 또한, 금속의 증착량은 스퍼터 파워를 제어함으로써 광범위하게 제어될 수 있기 때문에, 카본과 중간층 내에 포함된 금속으로 구성된 비결정층(바람직하게는 금속의 농도가 계단식으로 또는 연속적으로 변하는 비결정층)이 쉽게 형성될 수 있다. 다양한 금속이 AIP를 사용하여 증착될 수 있지만, 진공에서 아크 방전을 유지하기 위해 최소한의 전류가 존재하므로 AIP에 의해 극소량의 금속을 증착하기는 어렵다. 따라서, AIP에 의해 종래의 3가지 기술에 개시된 중간층을 형성하는 것은 어렵다. 전술한 관점을 기초로, 본 발명에서는 스퍼터링을 사용하여 중간층이 형성된다.
- <87> 구체적으로, 예컨대 순수한 Ar 분위기 내에서 Cr 타겟 또는 W 타겟을 사용하여 스퍼터링에 의해 Cr 층 또는 W 층이 형성될 수 있다.
- <88> 바람직하게는 UBM 스퍼터링에 의해 중간층(2)이 형성된다. UBM 스퍼터링에 따르면, 제1 DLC 형성 본체에서와 같이 W, Ta, Mo 및 Nb의 제1 금속을 포함하는 비결정층(22, 제2 층)의 형성시에, 예컨대 높은 탄화물 형성 능력을 갖는 제1 금속에 의한 탄화물 형성 없이 균일한 비결정층(22)이 얻어질 수 있다.
- <89> 중간층(2)의 형성시, 제1 층 내의 금속 원소의 층대층(layer-to-layer) 확산 및 기재에 대한 확산을 촉진시키도록, (제1 DLC 형성 본체에서) 제1 층 또는 (제2 DLC 형성 본체에서) 제1 내지 제3층을 형성하는 단계에서 기재의 온도를 약 150 °C 내지 350 °C(더욱 바람직하게는 약 250 °C 내지 350 °C)의 범위 내로 제어하는 것이 바람직하다. 이에 따르면, 기재에 대한 제1 층의 접합성 및 제1 층 내지 제3 층 사이에 층대층 접합성은 더욱 향상될 수 있다. 그러나, 비결정층 및 수반되는 DLC 필름의 형성시에는, 이들 층들은 열에 취약하기 때문에 기재 온도는 바람직하게는 300 내지 100 °C(더욱 바람직하게는 약 200 내지 100 °C)로 제어된다.
- <90> 중간층(2)과 DLC 필름(3) 사이에 응력 완화층이 형성될 때도, 스퍼터링(바람직하게는 UBM 스퍼터링)이 채택된다. 응력 완화층의 경도를 제어하기 위해, 철 계열 기재(1)에 인가될 바이어스 전압이 바람직하게는 약 -50 V 내지 -100 V의 범위로 제어된다.
- <91> 각 층이 양호한 접합성을 갖고 형성된 이런 중간층(2) 상에, 스퍼터링(바람직하게는, UBM 스퍼터링)에 의해 제1 DLC 필름(3a)이 형성된다[단계(c)]. UBM 스퍼터링에 따르면, 높은 경도를 갖는 콤팩트한 제1 DLC 필름(3a)이

형성될 수 있다. 스퍼터링의 상세한 설명은 단계(b)에서 설명된 것과 동일하다.

- <92> 본 발명에서, 중간층(2)과 제1 DLC 필름(3a)을 형성하는 단계(응력 완화층이 형성된다면 응력 완화층을 형성하는 단계를 포함)들은 바람직하게는 스퍼터링을 사용하여 연속적으로 실행된다. 이에 따르면, 중간층을 형성하는 비결정층과 제1 DLC 필름(3a) 사이의 경계가 불명확하고 제1 DLC 필름(3a)도 비결정질이기 때문에, 비결정층과 제1 DLC 필름(3a) 사이의 접합성도 보장된다. 더욱 바람직하게는 이 모든 단계에 UBM 스퍼터링이 채택된다.
- <93> 예컨대 기재에 인가될 바이어스 전압을 약 -100 V 내지 -200 V 범위로 높게 설정함으로써 제1 DLC 필름(3a)의 경도가 증강될 수 있다. 즉, 제1 DLC 필름(3a)의 수소 함량을 조정함으로써 경도가 제어될 수 있고, 수소 함량이 감소되면 경도는 증가한다. 제1 DLC 필름(3a)의 수소 함량은 약 5 % 내지 20 %로 제어된다.
- <94> 제1 DLC 필름(3a) 상에, 캐소드 방전형 아크 이온 도금(AIP)에 의해 제2 DLC 필름(3b)이 형성된다[단계(d)]. 이에 따르면, 스퍼터링에 의해서는 얻어질 수 없는 높은 경도(다이아몬드와 가까운 극도로 높은 경도)를 갖는 내마모성이 우수한 최외부 표면층이 얻어진다. 전술한 바와 같이 AIP는 증착원으로서 고체 카본을 사용하기 때문에, CVD에 의해 형성된 DLC 필름에 비해 수소로부터 자유로운 필름이 형성될 수 있다. 일반적으로, DLC 필름의 경도는 필름 내의 수소량에 의해 크게 영향을 받고, 수소량이 적을수록 더 높은 경도를 갖는 DLC 필름이 형성된다고 알려져 있다.
- <95> 전술한 단계(b), (c) 및 (d)는 스퍼터링 장치 및 AIP 장치를 사용함으로써 개별적으로 실행될 수 있다. 이 경우에, 중간층(2)과 제1 DLC 필름(3a)은 스퍼터링 장치를 사용하여 형성된다. 분위기를 해제한 후에는, 제2 DLC 필름이 AIP 장치를 사용하여 개별적으로 형성된다. 다르게는, 제1 DLC 필름과 제2 DLC 필름 사이에 접합성 감소를 최대한 방지하면서 필름 형성을 더욱 효과적으로 수행하기 위해, 바람직하게는 하나의 진공 챔버 내에 캐소드 방전형 아크 이온 도금 증착원과 스퍼터링 증착원(바람직하게는, UBM형 스퍼터링 증착원) 모두가 제공된 혼합형 도금 장치가 사용된다. 이에 따르면, 중간층으로부터 제1 및 제2 DLC 필름까지 이르는 단계는 연속적으로 수행된다.
- <96> 본 발명의 구조 및 효과는 예들을 참조로 더욱 구체적으로 설명될 것이다. 본 발명은 이 예들에 제한되지 않고 본 발명의 요지에 포함될 수 있는 범주 내에 있는 적절한 수정예에 의해 수행될 수 있고, 따라서 이러한 수정예는 본 발명의 기술적 범주에 포함된다.
- <97> [예]
- <98> 표1에 도시된 다양한 필름 구조를 갖는 DLC 형성 본체(Nos.1 내지 11)가 다음 방식으로 제조되며, DLC 필름에 대한 접합성이 측정되었다. 이중에 Nos.2 내지 6 및 8 내지 11은 본 발명의 조건을 만족시키는 예들이고, Nos.1 및 7은 본 발명의 조건을 만족시키지 않는 비교예들이다. Nos.2 내지 6 각각은 2개층의 중간층을 갖고, Nos.8 내지 11 각각은 4개층의 중간층을 갖는다.
- <99> (기재)
- <100> 표1에 도시된 바와 같이, Nos.1 내지 6에는 초경합금(미쯔비시 마테리얼 가부시카이가사에서 제조된 "UT120T")이 사용되며, Nos.7 내지 12에는 JIS 기준의 SUJ2가 사용된다. 각 기재는 12 cm²의 크기와 5 mm의 두께를 갖고, 미러 폴리쉬 표면(mirror-polished surface)을 갖는다(Ra = 약 0.02 μm).
- <101> 이 기재들은 미리 알칼리 탱크(alkali tank)와 순수 탱크(pure water tank)를 사용하여 초음파적으로 세척되고 건조되었다.
- <102> (중간층과 DLC 필름의 형성)
- <103> (1) Nos.2 내지 6 및 8 내지 11 (본 발명의 예)
- <104> 도5에 도시된 복수의 증착원을 구비한 혼합형 도금 장치(가부시카이가사 고베세이코쇼에서 제작된 "AIP-S40HC")를 사용하여, 중간층과 DLC 필름이 다음과 같이 형성되었다. 도5에 도시된 바와 같이, 혼합형 도금 장치는 AIP 증착원(타겟 크기 : φ100 mm) 및 UBM 증착원(타겟 크기 : 127 mm × 508 mm)을 포함한다.
- <105> 각 기재는 혼합 코팅 장치 내에 기재 스테이지 상에 설치되고, 장치의 내압이 약 3 × 10⁻³ Pa의 진공으로 감소된 후에 기재의 탈가스를 수행하도록 기재가 히터에 의해 약 150 °C까지 가열되었다. 기재의 표면은 Ar 플라즈마를 사용하여 에칭되었다. 에칭 공정동안, 기재의 온도는 200에서 250 °C까지 상승된다. 중간층과 제1 DLC 필름은 표1에 도시된 바와 같이 UBMS를 사용하여 형성되고, 제2 DLC 필름은 AIP를 사용하여 형성된다.

- <106> 구체적으로는, Nos.2 내지 6의 중간층은 다음과 같이 제조되었다.
- <107> 순수한 Ar 분위기 내에서 표1에 도시된 제1 층 금속(W, Ta, Mo 및 Nb)의 타겟을 사용하여 UBMS에 의해 제1 층이 형성된다. 그리고 카본(C)과 제2 층 금속(제1 층과 동일한 금속)의 타겟을 사용하여 UBMS에 의해 제2 층이 형성된다. No.6에서는, 카본(C) 및 W 타겟의 스퍼터 파워를 각각 4 kW 내지 0.1 kW 및 0.1 kW 내지 6 kW로 조정함으로써, 제2 층 내의 W 함량이 제1 층층으로부터 제2 층층까지 연속적으로 감소되었다.
- <108> Nos.8 내지 11에서는, 4개층 구조의 중간층이 다음과 같이 제조되었다.
- <109> 순수한 Ar 분위기 내에서 표1에 도시된 제1 층 금속(Cr 또는 Al)의 타겟을 사용하여 UBMS에 의해 제1 층이 형성된다. 그리고 표1에 도시된 제1 층 금속 및 제3 층 금속(W 또는 Ta)의 타겟을 사용하여 UBMS에 의해 제2 층이 형성된다. 표1에 도시된 제3 층 금속(W 또는 Ta)의 타겟을 사용하여 UBMS에 의해 제3 층이 형성된다. 카본(C)과 표1에 도시된 제4 층 금속(제3층과 동일한 금속)의 타겟을 사용하여 UBMS에 의해 제4 층이 형성된다.
- <110> 이런 방식으로 중간층을 형성한 후에, 경도가 다른 2개 층 구조의 DLC 필름이 다음과 같이 형성된다.
- <111> 표1에 도시된 낮은 경도(약 20 내지 40 GPa)를 갖는 제1 DLC 필름이 UBMS에 의해 형성된다. 구체적으로, 제1 DLC 필름의 형성은 전체 압력 0.4 Pa의 Ar 또는 (Ar+CH₄) 혼합 기체 내에서 타겟에 대해 6 kW의 입력 파워로 수행되었다. -100 V 내지 -200 V 범위의 DC 바이어스가 인가되어 기재(프로세싱 대상)는 음전위를 갖는다.
- <112> 높은 경도(약 40 내지 80 GPa)를 갖는 제2 DLC 필름이 AIP에 의해 형성된다. 구체적으로, C 타겟에 대한 50 A의 아크 전류, 0.1 Pa의 Ar 가스압, -100 V 내지 200 V의 DC 바이어스 전압으로 형성이 수행되었다. No.11에서, 제2 DLC 필름의 경도는 바이어스 전압이 -50 V에서 -150 V까지 연속적으로 변함으로서 제1 DLC 필름과의 경계층으로부터 제2 DLC 필름의 최외부층 측까지 증가하도록 제어된다.
- <113> (2) Nos.1 및 7 (비교예)
- <114> 표1에 도시된 바와 같이, 중간층과 DLC 필름이 AIP를 사용하여 형성되었다. 장치로는, 혼합형 도금 장치가 (1)과 유사하게 사용되었고, AIP 증착원이 사용되었다. 상세한 형성 방법은 다음과 같다.
- <115> 0.1 Pa의 Ar 분위기 내에서 50 A의 아크 전류로 C 타겟을 방전하면서 -800 V의 바이어스 전압에 의해 중간층(혼합층)이 100 nm 두께로 형성되고, 그후 -200 V의 바이어스 전압에 의해 DLC 필름이 형성되었다.
- <116> (경화의 측정)
- <117> 중간층과 DLC 필름의 표면 경도는 나노 인텐테이션 시스템(Elionix Inc.에서 제작된 나노 인텐테이션 테스터 "ENT-1100a")를 사용하여 측정되었다. 순간 접촉제를 사용하여 샘플이 측정 홀더에 고정되고, 가열 스테이지 상에 장착되고, 30 초 이상동안 26 °C 에 유지되며, 장치와 샘플 사이에 온도차가 나타날 때 인텐터 형상의 영상의 수정 후에 경도가 200 mg 내지 2 g의 하중에서 측정되었다.
- <118> (평가 방법)
- <119> 이렇게 얻어진 표1에 도시된 형성 본체 각각에 대해서, 다음과 같이 LEVETEST 스크래치 테스트가 수행되어 DLC 필름에 대한 접합성(임계 하중)이 평가된다.
- <120> (스크래치 테스트)
- <121> 각각의 형성 본체는 이동 스테이지에 고정되고, 이동 스테이지는 100 N/min 의 하중 속도로 다이아몬드 인텐터를 사용하여 각각의 형성 본체 표면에 하중을 적용하면서 10 mm/min 속도로 이동한다. 각각의 형성 본체 상에 형성된 스크래치 흠이 광학 현미경으로 관측(배율 : 200 배)되어 DLC 필름의 분리를 야기하는 스크래치의 임계 하중(N)을 측정하였다.
- <122> 이 결과가 표1에도 도시되어 있다.

[표 1]

No.	기계	프로세스	중간층				두께 (μm)	DLC 필름				전체 두께 (μm)	스크래치 임계하중 (N)	
			제1층	제2층	제3층	제4층		제1 DLC 필름	제2 DLC 필름	경도 (GPa)	두께 (μm)			
1	WC-Co	AIP	W/C	-	-	-	0.01	-	-	AIP	60	3.1	3.1	55
2	WC-Co	UBMS	W	W/C	-	-	0.5	UBMS	30	AIP	60	1.5	3.0	82
3	WC-Co	UBMS	Ta	Ta/C	-	-	0.6	UBMS	30	AIP	60	1.4	3.1	77
4	WC-Co	UBMS	Mo	Mo/C	-	-	0.4	UBMS	30	AIP	60	1.5	3.1	78
5	WC-Co	UBMS	Nb	Nb/C	-	-	0.5	UBMS	30	AIP	60	1.5	3.0	78
6	WC-Co	UBMS	W	W/C (inclination)	-	-	1.0	UBMS	40	AIP	40 to 80	1.2	3.2	80
7	SUJ2	AIP	Fe/C	-	-	-	0.01	-	-	AIP	60	3.0	3.0	35
8	SUJ2	UBMS	Cr	Cr/W	W	W/C	0.8	UBMS	20	AIP	65	1.8	3.1	60
9	SUJ2	UBMS	Al	Al/W	W	W/C	1.0	UBMS	20	AIP	65	1.3	3.0	61
10	SUJ2	UBMS	Cr	Cr/W	Ta	Ta/C	0.6	UBMS	20	AIP	60	1.8	3.0	58
11	SUJ2	UBMS	Cr	Cr/W	W	W/C	1.0	UBMS	40	AIP	40 to 80	1.2	3.2	55

<124> 표1로부터, 다음 사항들을 알 수 있다.

<125> 본 발명의 조건을 만족시키는 본 발명의 예들인 Nos.2 내지 6 및 8 내지 11에서는, 최외부층으로서 높은 정도의 DLC 필름을 갖는 DLC 다층 필름이 약 3 μm의 두께로 형성되더라도, 우수한 접합성을 보인다. 상세하게는, 스크래치 임계 하중은 초경합금 기재를 사용하는 Nos.2 내지 6에서는 77 N 이상이었고, 철 계열 기재를 사용하는 Nos.8 내지 11에서는 55 N 이상이었고, 극히 높은 접합 강도가 달성되었다.

<126> 이에 비해, Nos.1 및 7은 DLC 필름이 단 하나의 층으로만 구성된 비교예로, DLC 필름과 기재 사이에 금속층없이 비결정층만이 형성된다. 이 비교예들 각각에서는, 스크래치 임계 하중이 초경합금 기재에서는 60 N 이상이었고, 철 계열 기재에서는 40 N 이상이었고, DLC 필름의 접합성은 열등했다.

발명의 효과

<127> 본 발명에 따르면, 최외부 표면 상에 높은 정도의 DLC 필름을 포함한 DLC 다층 필름이 초경합금과 같은 높은 경

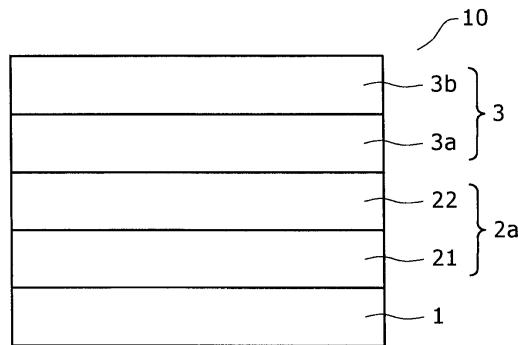
도 물질로부터 낮은 경도의 철 계열 물질까지 넓은 범위에 이르는 기재에 대해 약 3 μm 이상의 두께로 형성될 때조차도, 우수한 내마모성 뿐만 아니라 기재와 DLC 필름 모두에 대한 우수한 접합성을 갖는 DLC 형성 본체, 및 이런 DLC 형성 본체를 제조하는 방법이 제공된다.

도면의 간단한 설명

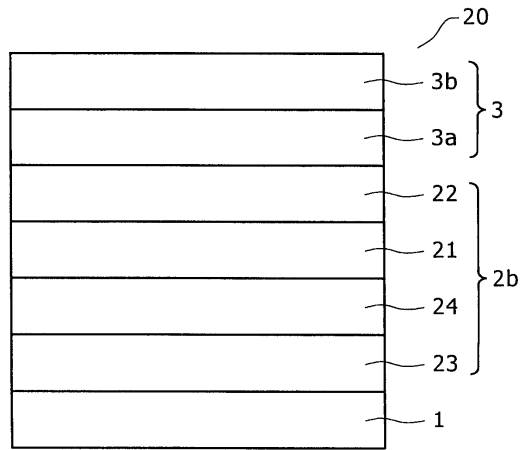
- <1> 도1은 본 발명에 따른 제1 형성 본체의 구조를 도시한 개략도.
- <2> 도2는 본 발명에 따른 제2 형성 본체의 구조를 도시한 개략도.
- <3> 도3은 일반적인 스퍼터링에서 캐소드 구조를 도시한 개략도.
- <4> 도4는 UBM 스퍼터링에서 캐소드 구조를 도시한 개략도.
- <5> 도5는 혼합형 코팅 장치의 상부면을 도시한 개략도.
- <6> <도면의 주요 부분에 대한 부호의 설명>
- <7> 1 : 기재
- <8> 3a : 제1 DLC 필름층
- <9> 3b : 제2 DLC 필름층
- <10> 21 : 제1 금속층
- <11> 22 : 비결정층
- <12> 23 : 제2 금속층
- <13> 24 : 혼합 금속층

도면

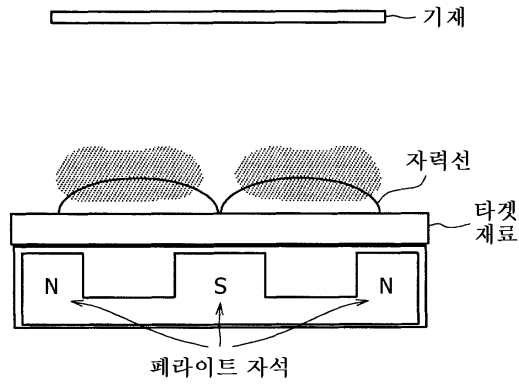
도면1



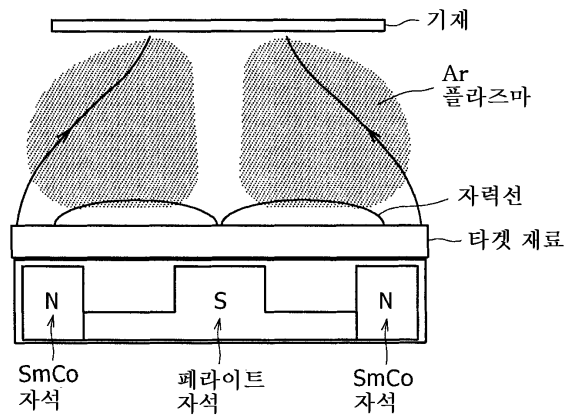
도면2



도면3



도면4



도면5

