

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-238649  
(P2004-238649A)

(43) 公開日 平成16年8月26日(2004.8.26)

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

C23C 16/27  
C23C 16/26

F I

C23C 16/27  
C23C 16/26

テーマコード(参考)

4K030

審査請求 未請求 請求項の数 12 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2003-26638 (P2003-26638)  
(22) 出願日 平成15年2月4日(2003.2.4)

(71) 出願人 301021533  
独立行政法人産業技術総合研究所  
東京都千代田区霞が関1-3-1  
(71) 出願人 000006208  
三菱重工業株式会社  
東京都港区港南二丁目16番5号  
(74) 代理人 100078499  
弁理士 光石 俊郎  
(74) 代理人 100074480  
弁理士 光石 忠敬  
(74) 代理人 100102945  
弁理士 田中 康幸  
(74) 代理人 100120673  
弁理士 松元 洋

最終頁に続く

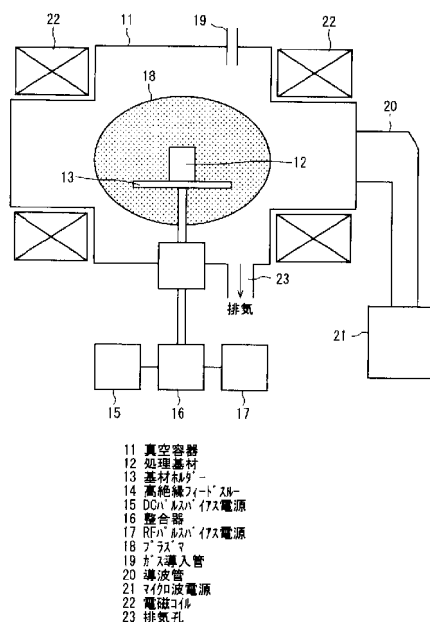
(54) 【発明の名称】 炭素系膜被覆部材の製造方法及び装置

(57) 【要約】

【課題】凹面表面に対しても密度の高いプラズマを供給することが可能で、且つ摺動特性の優れた炭素系膜が合成可能な条件を調整可能な炭素系膜被覆部材の製造方法及び装置を提供する。

【解決手段】外部プラズマ源によりプラズマを生成するとともに、処理基材に対し、パルス状のRFバイアスと負のパルス状のDCバイアス電圧とを同時に印加する。外部プラズマ源は高密度プラズマを生成可能で、且つ、この高密度プラズマにより処理基材の周囲を均一に覆うことができるプラズマ源から構成する。また、RFバイアスのパワーを自己バイアス電圧が - 0.05 kV から - 1 kV となるように調整し、RFバイアスのデューティ比を1%から50%とし、DCバイアス電圧を - 1 kV から - 10 kV とし、DCバイアス電圧のデューティ比を1%から50%とする。

【選択図】 図1



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

外部プラズマ源によりプラズマを生成するとともに、処理基材に対し、パルス状の R F バイアスと負のパルス状の D C バイアス電圧とを同時に印加することを特徴とする炭素系膜被覆部材の製造方法。

## 【請求項 2】

請求項 1 に記載の炭素系膜被覆部材の製造方法において、前記外部プラズマ源は高密度プラズマを生成可能で、且つ、この高密度プラズマにより前記処理基材の周囲を均一に覆うことができるプラズマ源から構成されることを特徴とする炭素系膜被覆部材の製造方法。

10

## 【請求項 3】

請求項 1 又は 2 に記載の炭素系膜被覆部材の製造方法において、前記処理基材に印加する前記パルス状の R F バイアスのパワーを、前記処理基材に印加される自己バイアス電圧が - 0 . 0 5 k V から - 1 k V となるように調整することを特徴とする炭素系膜被覆部材の製造方法。

## 【請求項 4】

請求項 1 , 2 又は 3 に記載の炭素系膜被覆部材の製造方法において、前記処理部材に印加する前記パルス状の R F バイアスのデューティー比を、1 % から 5 0 % とすることを特徴とする炭素系膜被覆部材の製造方法。

## 【請求項 5】

請求項 1 , 2 , 3 又は 4 に記載の炭素系膜被覆部材の製造方法において、前記処理基材に印加する前記パルス状の D C バイアス電圧を、- 1 k V から - 1 0 k V とすることを特徴とする炭素系膜被覆部材の製造方法。

20

## 【請求項 6】

請求項 1 , 2 , 3 , 4 又は 5 に記載の炭素系膜被覆部材の製造方法において、前記処理部材に印加する前記パルス状の D C バイアス電圧のデューティー比を、1 % から 5 0 % とすることを特徴とする炭素系膜被覆部材の製造方法。

## 【請求項 7】

外部プラズマ源と、パルス状の R F バイアスを印加する R F パルスバイアス印加手段と、パルス状の D C バイアス電圧を印加する D C パルスバイアス印加手段とを備え、前記外部プラズマ源によりプラズマを生成するとともに、前記 R F パルスバイアス印加手段と前記 D C パルスバイアス印加手段とにより、前記処理基材に対し、パルス状の R F バイアスと負のパルス状の D C バイアス電圧とを同時に印加するように構成したことを特徴とする炭素系膜被覆部材の製造装置。

30

## 【請求項 8】

請求項 7 に記載の炭素系膜被覆部材の製造装置において、前記外部プラズマ源は高密度プラズマを生成可能で、且つ、この高密度プラズマにより前記処理基材の周囲を均一に覆うことができるプラズマ源から構成されることを特徴とする炭素系膜被覆部材の製造装置。

## 【請求項 9】

請求項 7 又は 8 に記載の炭素系膜被覆部材の製造装置において、前記 R F パルスバイアス印加手段によって前記処理基材に印加する前記パルス状の R F バイアスのパワーを、前記処理基材に印加される自己バイアス電圧が - 0 . 0 5 k V から - 1 k V となるように調整することを特徴とする炭素系膜被覆部材の製造装置。

40

## 【請求項 10】

請求項 7 , 8 又は 9 に記載の炭素系膜被覆部材の製造装置において、前記 R F パルスバイアス印加手段によって前記処理部材に印加する前記パルス状の R F バイアスのデューティー比を、1 % から 5 0 % とすることを特徴とする炭素系膜被覆部材の製造装置。

## 【請求項 11】

50

請求項 7, 8, 9 又は 10 に記載の炭素系膜被覆部材の製造装置において、前記 DC パルスバイアス印加手段によって前記処理基材に印加する前記パルス状の DC バイアス電圧を、-1 kV から -10 kV とすることを特徴とする炭素系膜被覆部材の製造装置。

【請求項 12】

請求項 7, 8, 9, 10 又は 11 に記載の炭素系膜被覆部材の製造装置において、前記 DC パルスバイアス印加手段によって前記処理部材に印加する前記パルス状の DC バイアス電圧のデューティ比を、1% から 50% とすることを特徴とする炭素系膜被覆部材の製造装置。

【発明の詳細な説明】

10

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、各種摺動部材、回転機器の軸受け、情報機器記憶装置等、耐摩耗性の要求される部材に適用される炭素系膜被覆部材の製造方法及び装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

イオンビームを利用した成膜技術は、イオンビームの持つエネルギーを用いることにより、常温常圧では不安定な非平衡物質の合成に有効な手法である。例えば、ダイヤモンドの次に硬く、ダイヤモンドより熱的安定な立方晶窒化ホウ素 (cubic Boron Nitride : cBN) や、アモルファス構造ながら硬質で摩擦特性に優れたダイヤモンド状炭素 (Diamond like Carbon : DLC) 等が挙げられる。これらの材料は耐摩耗性、高硬度等の特徴を活かし、各種摺動部材や工具等への応用が期待されている。これらの部材は平板から構成されるものは非常に少なく、立体形状、3次元的に複雑な形状を有する。しかし、イオンビームを用いた成膜技術を用い、立体形状、複雑形状部材の表面への処理を行う場合、イオンビームの指向性から、処理部材へのイオンビームの照射角度により、成膜速度やエッチング速度が異なるため、曲率を有する箇所に均一に成膜することは非常に困難である。現状では、処理部材に対して均一性膜条件が維持できるようなマスク、ワークの回転、揺動運動が不可欠であるため、処理時間がかかり、処理コストが高く生産性が悪い。

20

【0003】

イオンビームを用いた成膜技術に関し、上記課題を克服可能な成膜方法として、プラズマイオン注入法 (Plasma Based Ion Implantation : PBI) が注目されている。これは、1986年にアメリカから提唱された成膜方法であり、プラズマ中に浸漬した処理部材に対し、負のパルス電圧を印加し、処理部材の周囲に存在するプラズマ中のイオンを均一に処理部材に照射する方法である。本手法による複雑形状部材表面への均一処理 (イオンビームの均一照射) に対しては、プラズマの高密度化、及びパルスバイアスの短パルス化が望まれる。

30

【0004】

また、炭素系膜被覆部材の製造方法に関する反応性プラズマ中の処理で、膜が処理部材上へ堆積する場合は、パルス電圧が印加されていない間に膜が堆積し、その膜の性質が全体の膜の特性に大きな影響を与える。一般的に、パルス電圧が印加されていない間に生成する膜は機械的に弱い膜であり、より摩擦特性等の機械的特性に優れた硬質膜を得ようとする場合、大きな問題となる。そこで、本発明者らは、プラズマ源に外部プラズマ源を用い、パルスバイアスと直流バイアスの同時印加により摩擦特性等の機械的特性の非常に優れた硬質炭素膜被覆部材の製造方法を提案している (特願 2001-188637 号)。

40

【0005】

プラズマ源に外部プラズマ源を用いる技術では、プラズマを特に凹面内に均一に供給することが難しく、現状技術では均一処理が困難である。

【0006】

一方で、産業技術総合研究所関西センター及び中部センサーでは、非処理部材にそれぞれ

50

高周波又は正のパルスバイアスを印加するといった、非処理部材自身をプラズマ発生のためのアンテナとして用い処理基材周辺でプラズマを生成する工程により、従来から計算により必要とされる密度よりは低いものの凹面内にもプラズマを供給することができる手法を提案している（特許文献1，特許文献2参照）。

【0007】

【特許文献1】

特開2001-26887号公報（図1，図2）

【特許文献2】

特開2001-207259号公報（図1，図2）

【0008】

10

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、これらの手法では処理基材を覆うプラズマの密度が十分に高くなく、処理基材にバイアス電圧を印加する際にイオンの供給源となるプラズマシースエッジの形状が処理形状に沿わないため、一般にギアや工具の有する複雑な形状の処理基材を十分な均一性で処理することは困難である。

【0009】

本発明は、上記課題に着眼してなされたものであり、凹面表面に対しても密度の高いプラズマを供給することが可能で、且つ摺動特性の優れた炭素系膜が合成可能な条件を調整可能な炭素系膜被覆部材の製造方法及び装置を提供するものである。

【0010】

20

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決する第1発明の炭素系膜被覆部材の製造方法は、外部プラズマ源によりプラズマを生成するとともに、処理基材に対し、パルス状のRFバイアスと負のパルス状のDCバイアス電圧とを同時に印加することを特徴とする。

【0011】

また、第2発明の炭素系膜被覆部材の製造方法は、第1発明の炭素系膜被覆部材の製造方法において、

前記外部プラズマ源は高密度プラズマを生成可能で、且つ、この高密度プラズマにより前記処理基材の周囲を均一に覆うことができるプラズマ源から構成されることを特徴とする。例えば、外部プラズマ源はECRプラズマ源、RFプラズマ源、ICPプラズマ源、ヘリコン波プラズマ源等、RFプラズマより高密度プラズマを生成可能で、処理基材周囲を均一に覆うことができるプラズマ源から構成される。

30

【0012】

また、第3発明の炭素系膜被覆部材の製造方法は、第1又は第2発明の炭素系膜被覆部材の製造方法において、

前記処理基材に印加する前記パルス状のRFバイアスのパワーを、前記処理基材に印加される自己バイアス電圧が-0.05kVから-1kVとなるように調整することを特徴とする。

【0013】

また、第4発明の炭素系膜被覆部材の製造方法は、第1，第2又は第3発明の炭素系膜被覆部材の製造方法において、

40

前記処理部材に印加する前記パルス状のRFバイアスのデューティ比を、1%から50%とすることを特徴とする。

【0014】

また、第5発明の炭素系膜被覆部材の製造方法は、第1，第2，第3又は第4発明の炭素系膜被覆部材の製造方法において、

前記処理基材に印加する前記パルス状のDCバイアス電圧を、-1kVから-10kVとすることを特徴とする。

【0015】

また、第6発明の炭素系膜被覆部材の製造方法は、第1，第2，第3，第4又は第5発明

50

の炭素系膜被覆部材の製造方法において、

前記処理部材に印加する前記パルス状のDCバイアス電圧のデューティー比を、1%から50%とすることを特徴とする。

【0016】

また、第7発明の炭素系膜被覆部材の製造装置は、外部プラズマ源と、パルス状のRFバイアスを印加するRFパルスバイアス印加手段と、パルス状のDCバイアス電圧を印加するDCパルスバイアス印加手段とを備え、前記外部プラズマ源によりプラズマを生成するとともに、前記RFパルスバイアス印加手段と前記DCパルスバイアス印加手段とにより、前記処理基材に対し、パルス状のRFバイアスと負のパルス状のDCバイアス電圧とを同時に印加するように構成したことを特徴とする。

10

【0017】

また、第8発明の炭素系膜被覆部材の製造装置は、第7発明の炭素系膜被覆部材の製造装置において、

前記外部プラズマ源は高密度プラズマを生成可能で、且つ、この高密度プラズマにより前記処理基材の周囲を均一に覆うことができるプラズマ源から構成されることを特徴とする。例えば、外部プラズマ源はECRプラズマ源、RFプラズマ源、ICPプラズマ源、ヘリコン波プラズマ源等、RFプラズマより高密度プラズマを生成可能で、処理基材周囲を均一に覆うことができるプラズマ源から構成される。

【0018】

また、第9発明の炭素系膜被覆部材の製造装置は、第7又は第8発明の炭素系膜被覆部材の製造装置において、

前記RFパルスバイアス印加手段によって前記処理基材に印加する前記パルス状のRFバイアスのパワーを、前記処理基材に印加される自己バイアス電圧が-0.05kVから-1kVとなるように調整することを特徴とする。

20

【0019】

また、第10発明の炭素系膜被覆部材の製造装置は、第7、第8又は第9発明の炭素系膜被覆部材の製造装置において、

前記RFパルスバイアス印加手段によって前記処理部材に印加する前記パルス状のRFバイアスのデューティー比を、1%から50%とすることを特徴とする。

【0020】

また、第11発明の炭素系膜被覆部材の製造装置は、第7、第8、第9又は第10発明の炭素系膜被覆部材の製造装置において、

前記DCパルスバイアス印加手段によって前記処理基材に印加する前記パルス状のDCバイアス電圧を、-1kVから-10kVとすることを特徴とする。

30

【0021】

また、第12発明の炭素系膜被覆部材の製造装置は、第7、第8、第9、第10又は第11発明の炭素系膜被覆部材の製造装置において、

前記DCパルスバイアス印加手段によって前記処理部材に印加する前記パルス状のDCバイアス電圧のデューティー比を、1%から50%とすることを特徴とする。

【0022】

【発明の実施の形態】

本発明に係わる炭素系膜被覆部材の製造方法及び装置は、凸面表面のみならず凹面表面に対しても密度の高いプラズマを供給することを可能とし、且つ摺動特性の優れた炭素系膜が合成可能な条件を調整可能な製造方法及び装置である。

これは、処理基材にRFバイアスを印加することにより処理基材の周囲にプラズマを生成するとともに、自己バイアスによりプラズマ中のイオンを積極的に引き込み、パルス電圧が印加されていない時間に成膜される機械的に弱い膜の成膜を防ぎ、且つ外部プラズマ源から密度の高いプラズマを処理基材に供給しながら、負のパルスバイアス印加によるイオン照射を行い、機械的特性の優れた炭素系膜を成膜する方法である。

【0023】

40

50

以下に、図 1 を用いて本発明の実施の形態について詳細に説明する。図 1 は本発明の実施の形態に係わる炭素系膜被覆部材を製造するための装置の概略図である。

【 0 0 2 4 】

図 1 に示すように、真空容器 1 1 は排気孔 2 3 から図示しない真空排気装置により真空排気され、内部に処理基材 1 2 を設置する基材ホルダー 1 3 を有している。基材ホルダー 1 3 は、高絶縁フィードスルー 1 4 を介して、DC パルスバイアスを印加する DC パルスバイアス印加手段としての DC パルスバイアス電源 1 5、RF パルスバイアスを印加する RF パルスバイアス印加手段としての RF パルスバイアス電源 1 7、及び DC パルスバイアス電源 1 5 と RF パルスバイアス電源 1 7 の整合をとる整合器 1 6 に接続されている。

【 0 0 2 5 】

プラズマ 1 8 は、ガス導入管 1 9 から真空容器 1 1 内へ反応ガスを導入し、導波管 2 0 を介してマイクロ波電源 2 1 から真空容器 1 1 へとマイクロ波を導入し、対向した電磁コイル 2 2 により処理基材 1 2 付近に導入したマイクロ波を最も効率的に吸収する磁場を形成することによりプラズマを発生させる外部プラズマ源と、RF パルスバイアス電源 1 7 による RF パルスバイアス印加により形成される。外部プラズマ発生源は、上記以外にも、高周波プラズマや、ヘリコン波プラズマ、誘導結合プラズマ等の種々のプラズマ源を用いても同様な効果が得られる。

【 0 0 2 6 】

次に、図 1 を用いて炭素系膜被覆部材の製造方法を説明する。

【 0 0 2 7 】

まず、基材ホルダー 1 3 に処理基材 1 2 を設置し、真空容器 1 1 を所定の真空度まで真空排気する。その後、ガス導入管 1 9 から所望の炭化水素系の原料ガスを導入し所望の圧力に設定した後、電磁コイル 2 2 に所望の電流を流すことにより、真空容器 1 1 内の所望の箇所においてマイクロ波を効率的に吸収可能な磁場を形成する。この状態で、導波管 2 0 を介してマイクロ波電源 2 1 から所望の出力のマイクロ波を真空容器 1 1 内へ導入することで外部プラズマを発生させる。

【 0 0 2 8 】

また、この外部プラズマの発生と同時に、高絶縁フィードスルー 1 4 を介して RF パルスバイアス電源 1 7 から処理基材 1 2 にパルス状の RF バイアス (RF パルスバイアス) を印加することによりさらにプラズマを生成するとともに、DC パルスバイアス電源 1 5 から処理基材 1 2 に、整合器 1 6 により RF バイアスとの整合を取りながら、所望の電圧、デューティー比の DC パルスバイアス (パルス状の DC バイアス電圧) を印加する。以上の工程により処理基材 1 2 の表面に対し炭素系膜を製造する。

【 0 0 2 9 】

ここで、RF パルスバイアス電源 1 7 から処理基材 1 2 に印加する RF パルスバイアスを、自己バイアス電圧が、 $-0.05\text{ kV}$  から  $-1\text{ kV}$  となるように調整することが望ましい。処理基材 1 2 に印加する RF 自己バイアス電圧が  $-0.05\text{ kV}$  以下のときは、イオンのエネルギーが低く RF パルスバイアスを印加しない場合と差がなく、自己バイアス電圧の印加効果がない。また、RF 自己バイアス電圧が  $-2\text{ kV}$  以上では照射するイオンのエッチング効果により成膜速度が著しく減少する。

【 0 0 3 0 】

その際、RF パルスバイアス電源 1 7 から処理基材 1 2 に印加する RF パルスバイアスのデューティー比を、処理基材の表面温度が  $400$  以下となるよう、 $1\%$  から  $50\%$  とすることが望ましい。処理基材 1 2 を水冷等により冷却していても高密度のプラズマに曝されること、及び過度の RF バイアスの印加により、処理基材 1 2 の表面は高温になる。このとき、処理基材 1 2 の表面の温度が  $400$  以上になると、合成される炭素系膜の構造が徐々に変化して機械的性質が悪化するため、RF バイアスをパルス化して処理基材 1 2 に印加することにより、処理基材 1 2 の表面温度の過度な上昇を防止可能なデューティー比で RF バイアスを印加することが望まれる。

【 0 0 3 1 】

また、DCパルスバイアス電源15から処理部材に印加するDCパルスバイアス（パルス電圧）を、-1kVから-10kVとすることが望ましい。処理基材12に印加するDCパルスバイアスが-1kV以下のときは、イオンが膜に注入されず表面に堆積することにより、DCパルスバイアスが印加されていない間に堆積する炭素膜の改質を行うことが出来ない。また、DCパルスバイアスが-10kV以上では、DCパルスバイアスが印加されていない間に堆積する炭素膜を注入されるイオンが突き抜けてしまうため、効果的に炭素膜の改質を行うことができない。

#### 【0032】

さらに、DCパルスバイアス電源15から処理基材12に印加するDCパルスバイアスのデューティー比を、1%から50%とすることが望ましい。処理基材12に印加するDCパルスバイアスのデューティー比が1%以下のときは、DCパルスバイアスが印加されていない間に堆積する炭素膜を改質するために必要なイオンが不足しているため、十分に硬質な膜が得られない。また、デューティー比が50%以上では、DCパルスバイアスが印加されていない間に堆積する炭素膜をエッチングしてしまい成膜速度が著しく減少する、イオン照射過多により得られる膜が多孔質化してしまい硬質な膜が得られない、といった問題が生じる。さらに、処理基材12と真空容器11間で異常放電が起こり安定した動作が保証されない。

10

#### 【0033】

<実施例>

以下に、本発明の実施例を図1を用いて詳細に説明する。

20

#### 【0034】

（実施例1）

まず、基材ホルダー13にステンレス鋼（JIS：SUS304）からなる処理基材12を設置し、真空容器11を $1 \times 10^{-3}$  Pa以下の真空度まで真空排気した。その後、ガス導入管19から原料ガスとしてメタンを導入し、 $5 \times 10^{-2}$  Paの圧力に制御した。その後、電磁コイル22に300Aの電流を流すことにより、真空容器11内の中心部から100mm離れた箇所においてマイクロ波を効率的に吸収可能な磁場（875 Gauss）を形成した。この状態で、導波管20を介してマイクロ波電源21から200Wの出力のマイクロ波（周波数2.45 GHz）を真空容器11内へ導入することによりプラズマを発生させた。そして、このプラズマ発生と同時に、高絶縁フィードスルー14を介して、RFパルスバイアス電源15から処理基材12にRFパワー200W、デューティー比40%のRFパルスバイアスを印加するとともに、DCパルスバイアス電源17から処理基材12に電圧-2kV、デューティー比1%のDCパルスバイアス（パルス電圧）を同時に印加することにより、炭素膜被覆部材を製造した。このときのRFバイアス印加による自己バイアス電圧は-100Vで、試料表面温度は250であった。

30

#### 【0035】

得られた炭素膜の構造をラマンスペクトル分析により調べたところ、 $1520 \text{ cm}^{-1}$ 付近のメインピークと $1380 \text{ cm}^{-1}$ 付近のショルダーバンドからなるブロードなピークが検出され、硬質炭素膜であるダイヤモンドライクカーボン膜の合成が確認された。

#### 【0036】

さらに、得られた炭素膜の摩擦特性をボールオンディスク型摩擦試験機により調べた。摩擦試験の条件としては、相手材をSiCボール、荷重を1N、速度を $0.1 \text{ m/sec}$ 、雰囲気乾燥空气中、温度を室温とした。その結果、摩擦係数は、バイアスバイアスを印加せずに製造した炭素膜では0.4、電圧-2kV、デューティー比1%のDCパルスバイアスのみを印加して製造した炭素膜では0.08であったのに対し、前述のRF自己バイアス電圧-100Vと-2kV、デューティー比1%のDCパルスバイアスを同時に印加させることにより製造した炭素膜では0.02と大幅に向上した。また、前述のRF自己バイアス電圧-100Vと-2kV、デューティー比1%のDCパルスバイアスを同時に印加させることにより製造した炭素膜は、荷重20Nでの摩擦試験にも剥離することなく摩擦係数0.02を示し、密着性、耐久性も大幅に向上した。これらの特性は、複雑形

40

50

状を模擬したトレンチ形状を含む凹凸面の各面上において均一に有することが確認された。

#### 【0037】

##### (実施例2)

まず、基材ホルダー13に高速度工具鋼(JIS:SKH51)からなる基材12を設置し、真空容器11を $1 \times 10^{-3}$  Pa以下の真空度まで真空排気した。その後、ガス導入管19から原料ガスとしてメタン及び窒素1:1の割合で導入し、 $5 \times 10^{-2}$  Paの圧力に制御した。その後、電磁コイル22に250 Aの電流を流すことにより、真空容器11内の中心部から150 mm離れた箇所においてマイクロ波を効率的に吸収可能な磁場(875 Gauss)を形成した。この状態で、導波管20を介してマイクロ波電源21から700 Wの出力のマイクロ波(周波数2.45 GHz)を真空容器11内へ導入することによりプラズマを発生させた。そして、このプラズマ発生と同時に、高絶縁フィードスルー14を介してRFパルスバイアス電源15から処理基材12にRFパワー500 W、デューティー比20%のRFパルスバイアスを印加するとともに、DCパルスバイアス電源17から処理基材12に電圧-5 kV、デューティー比10%のDCパルスバイアスを同時に印加させることにより、炭素膜被覆部材を製造した。このときのRFバイアス印加による自己バイアス電圧は-200 Vで、試料表面温度は350 °Cであった。

10

#### 【0038】

得られた膜のラマンスペクトル分析を用い構造を調べた。その結果、 $1520 \text{ cm}^{-1}$ 付近のメインピークと $1380 \text{ cm}^{-1}$ 付近のショルダーバンドからなるブロードなピークが検出され、硬質炭素膜であるダイヤモンドライクカーボン膜に類似した膜の合成が確認された。さらに、得られた膜の組成及び構造を光電子分光法により調べたところ、膜中の炭素と窒素の結合が確認され、窒素を20%含む窒化炭素膜であることが確認された。

20

#### 【0039】

さらに、得られた膜の摩擦特性をボールオンディスク型摩擦試験機により調べた。摩擦試験の条件としては、相手材をSiCボール、荷重を1 N、速度を0.1 m/sec、雰囲気乾燥空気中、温度を室温とした。その結果、摩擦係数は、バイアスバイアスを印加せずに製造した炭素膜では0.5、電圧-2 kV、デューティー比1%のDCパルスバイアスのみを印加し製造した炭素膜では0.09であったのに対し、前述のRF自己バイアス電圧-200 Vと-5 kV、デューティー比10%のパルス電圧を同時に印加させることにより製造した炭素膜では0.03と大幅に向上した。また、前述のRF自己バイアス電圧-200 Vと-5 kV、デューティー比10%のDCパルスバイアスを同時に印加させることにより製造した炭素膜は、荷重20 Nでの摩擦試験にも剥離することなく摩擦係数0.03を示し、密着性、耐久性も大幅に向上した。これらの特性は、複雑形状を模擬したトレンチ形状を含む凹凸面の各面上において均一に有することが確認された。

30

#### 【0040】

##### 【発明の効果】

以上の説明のように、第1~第12発明の炭素系膜被覆部材の製造方法及び装置によれば、摩擦特性の優れた炭素系膜を、複雑形状を有する処理基材に対し、密着よく製造することができる。また、本発明に用いた手法は、イオンビームを用いた成膜方法の中で複雑形状の部材へ処理可能な方法であるため、従来の製造方法と比較し短時間に低コストで製造することができる。従って、工具、軸受け等の産業機械、エンジン、宇宙機器等への性能、寿命向上へと寄与する炭素系膜被覆部材の製造方法を提供することができる。

40

#### 【0041】

また、第3又は第9発明の炭素系膜被覆部材の製造方法及び装置によれば、処理基材に印加するパルス状のRFバイアスのパワーを、処理基材に印加される自己バイアス電圧が-0.05 kVから-1 kVとなるように調整することにより、自己バイアス電圧の印加効果が確実に得られ、且つ、イオンのエッチング効果による成膜速度の著しい減少を防ぐことができる。

第4又は第10発明の炭素系膜被覆部材の製造方法及び装置によれば、処理部材に印加す

50



るパルス状のRFバイアスのデューティー比を、1%から50%とすることにより、処理基材の表面温度の過度な上昇を確実に防止することができる。

第5又は第11発明の炭素系膜被覆部材の製造方法及び装置によれば、処理基材に印加するパルス状のDCバイアス電圧を、-1kVから-10kVとすることにより、パルス電圧が印加されていない間に堆積する炭素系膜の改質を確実に行うことができる。

第6又は第12発明の炭素系膜被覆部材の製造方法及び装置によれば、処理部材に印加するパルス状のDCバイアス電圧のデューティー比を、1%から50%とすることにより、十分に硬質な膜が得られ、且つ、エッチングによる成膜速度の著しい減少を防ぐことができる。

【図面の簡単な説明】

10

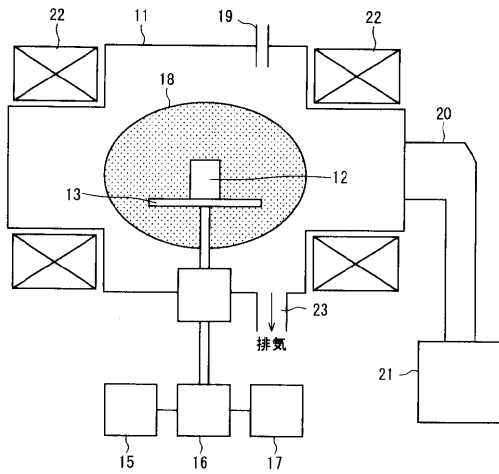
【図1】本発明の実施の形態に係わる炭素系膜被覆部材を製造するための装置の概略図である。

【符号の説明】

- 11 真空容器
- 12 処理基材
- 13 基材ホルダー
- 14 高絶縁フィードスルー
- 15 DCパルスバイアス電源
- 16 整合器
- 17 RFパルスバイアス電源
- 18 プラズマ
- 19 ガス導入管
- 20 導波管
- 21 マイクロ波電源
- 22 電磁コイル
- 23 排気孔

20

【 図 1 】



- 11 真空容器
- 12 処理基材
- 13 基材ホルダー
- 14 高絶縁フィードスルー
- 15 DCパルスハイパワー電源
- 16 整合器
- 17 RFパルスハイパワー電源
- 18 プラズマ
- 19 ガス導入管
- 20 導波管
- 21 マイクロ波電源
- 22 電磁コイル
- 23 排気孔

---

フロントページの続き

- (72)発明者 渡辺 俊哉  
茨城県つくば市東 1 - 1 - 1 財団法人ファインセラミックスセンター内
- (72)発明者 山本 和弘  
茨城県つくば市東 1 - 1 - 1 独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内
- (72)発明者 古賀 義紀  
茨城県つくば市東 1 - 1 - 1 独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内
- (72)発明者 田中 章浩  
茨城県つくば市東 1 - 1 - 1 独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内
- (72)発明者 山下 信樹  
神奈川県横浜市金沢区幸浦一丁目 8 番地 1 三菱重工業株式会社先進技術研究センター内
- Fターム(参考) 4K030 AA09 AA18 BA28 CA02 FA01 JA06 JA17 KA30 LA23