(19) **日本国特許庁(JP)** 

# (12) 特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第4813040号 (P4813040)

(45) 発行日 平成23年11月9日(2011.11.9)

(24) 登録日 平成23年9月2日(2011.9.2)

(51) Int.Cl. F 1

 C23C
 16/27
 (2006.01)
 C23C
 16/27

 C23C
 16/511
 (2006.01)
 C23C
 16/511

 C23C
 30/00
 (2006.01)
 C23C
 30/00

請求項の数 5 (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2004-299000 (P2004-299000) (22) 出願日 平成16年10月13日 (2004.10.13)

(65) 公開番号 特開2006-111908 (P2006-111908A) (43) 公開日 平成18年4月27日 (2006. 4. 27)

審査請求日 平成19年9月7日(2007.9.7)

||(73)特許権者 503360115

独立行政法人科学技術振興機構 埼玉県川口市本町四丁目1番8号

(73)特許権者 591040236

石川県

С

石川県金沢市鞍月1丁目1番地

(73)特許権者 501377645

株式会社オンワード技研 石川県能美市吉原町ワー13

||(73)特許権者 598102812

作道 訓之

石川県金沢市泉本町5丁目40番地1 ロイヤルシャトー泉本町1011

(74)代理人 100090712

弁理士 松田 忠秋

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】ダイヤモンド層の形成方法と、それを利用する多層硬質炭素膜の形成方法

# (57)【特許請求の範囲】

# 【請求項1】

真空槽に収容する被処理物体の表面に<u>水素によるエッチング作用を阻止する</u>中間層を形成する第1工程と、炭化水素<u>系の原料ガス</u>と水素とを真空槽に導入し<u>ダイヤモンドの核となるSP3 構造のナノダイヤモンドを均一に含む</u>ナノダイヤモンド層を中間層上に形成する第2工程と、一酸化炭素または二酸化炭素を水素に添加して真空槽に導入し、ナノダイヤモンド層内のナノダイヤモンドをダイヤモンドに成長させてダイヤモンド層を作る第3工程とからなるダイヤモンド層の形成方法。

#### 【請求項2】

第<u>2</u>工程において、<u>原料ガスに対し、水素の添加量を流量比にして 5 ~ 1 0 倍と</u>することを特徴とする請求項 1 記載のダイヤモンド層の形成方法。

# 【請求項3】

第1、2工程において、被処理物体に負のパルス電圧を印加することを特徴とする請求項1または請求項2記載のダイヤモンド層の形成方法。

# 【請求項4】

第 1 、 2 工程を統合して実行<u>し、中間層とナノダイヤモンド層とを複合層として形成</u>することを特徴とする請求項 1 ないし請求項 3 のいずれか記載のダイヤモンド層の形成方法

# 【請求項5】

真空槽に収容する被処理物体の表面に多層硬質炭素膜を形成するに際し、請求項1ない

20

し請求項4のいずれか記載のダイヤモンド層の形成方法に加えて、炭化水素を真空槽に導入してダイヤモンド層上にダイヤモンドライクカーボン層を形成する第4工程を付加し、第1~4工程を繰り返し実行することを特徴とする多層硬質炭素膜の形成方法。

#### 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## [00001]

この発明は、被処理物体の表面に高品質の多層硬質炭素膜を形成することができるダイヤモンド層の形成方法と、それを利用する多層硬質炭素膜の形成方法に関する。

#### 【背景技術】

[00002]

被処理物体の表面にダイヤモンドライクカーボン膜とダイヤモンド膜とを交互に形成し、硬度、表面平滑性、耐摩耗性などの機能性を向上させる材料の改質技術が知られている (たとえば特許文献1)。

# [0003]

このものは、炭化水素系の原料ガスを真空槽内に導入してプラズマ化し、ダイヤモンドライクカーボン膜を形成させる第1工程と、原料ガスを導入して大量の水素ラジカルを供給し、ダイヤモンドライクカーボン膜上にダイヤモンド膜を形成させる第2工程とを交互に実行することにより、真空槽内の被処理物体の表面にダイヤモンドライクカーボン膜とダイヤモンド膜とを積層して形成することができる。被処理物体を不必要に加熱することなく、硬度、耐摩耗性に優れ、表面粗さが平滑な優れた多層硬質炭素膜を被処理物体の表面に作ることができる。

【特許文献1】特開2003-155565号公報

# 【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

#### [0004]

かかる従来技術によるときは、ダイヤモンド膜は、原料ガス中の炭素原子を水素ラジカルとともに被処理物体の表面に衝突させて形成するので、ダイヤモンドを面内に均一に形成することが容易でなく、ダイヤモンドの粒径も不揃いになりがちであり、なお改善の余地があるという問題があった。

## [00005]

そこで、この発明の目的は、かかる従来技術の問題に鑑み、あらかじめ形成するナノダイヤモンド層をダイヤモンド層に成長させることによって、一層高品質の多層硬質炭素膜を均一に形成することができるダイヤモンド層の形成方法と、それを利用する多層硬質炭素膜の形成方法を提供することにある。

# 【課題を解決するための手段】

## [0006]

かかる目的を達成するためのこの出願に係る第1発明(請求項1に係る発明をいう、以下同じ)の構成は、真空槽に収容する被処理物体の表面に、水素によるエッチング作用を阻止する中間層を形成する第1工程と、炭化水素系の原料ガスと水素とを真空槽に導入し、ダイヤモンドの核となるSP3構造のナノダイヤモンドを均一に含むナノダイヤモンド層を中間層上に形成する第2工程と、一酸化炭素または二酸化炭素を水素に添加して真空槽に導入し、ナノダイヤモンド層内のナノダイヤモンドをダイヤモンドに成長させてダイヤモンド層を作る第3工程とからなることをその要旨とする。

# [0007]

なお、第2工程において、原料ガスに対し、水素の添加量を流量比にして5~10倍とすることができ、第1、2工程において、被処理物体に負のパルス電圧を印加することができ、第1、2工程を統合して実行し、中間層とナノダイヤモンド層とを複合層として形成することができる。

# [0008]

第2発明(請求項5に係る発明をいう、以下同じ)の構成は、真空槽に収容する被処理

10

20

30

40

10

20

30

40

50

物体の表面に多層硬質炭素膜を形成するに際し、第1発明に係るダイヤモンド層の形成方法に加えて、炭化水素を真空槽に導入してダイヤモンド層上にダイヤモンドライクカーボン層を形成する第4工程を付加し、第1~4工程を繰り返し実行することをその要旨とする。

# 【発明の効果】

# [0009]

かかる第1発明の構成によるときは、第1工程において形成する中間層は、被処理物体の表面を保護し、中間層上に形成されるナノダイヤモンド層が被処理物体の影響を受けないようにするとともに、ナノダイヤモンド層やダイヤモンド層の密着強度を向上させる。また、中間層は、ナノダイヤモンド層をダイヤモンド層に成長させる際に、水素によるエッチング作用を阻止することにも貢献する。中間層は、TMS(トリメチルシラン)などの原料ガスを真空槽内に導入してプラズマ化し、TMSによるSi層や、WO、WCO6などによるW層を作る。なお、中間層としてのSi層の膜厚は、数nm~100nm、好ましくは数10nm程度とするのがよい。非晶質のSi層は、絶縁性であるため、過大な膜厚の中間層は、その後のプロセスにおいて、パルス電圧によるバイアス電圧の波形を劣化さ、ナノダイヤモンド層、ダイヤモンド層の膜特性を悪くするおそれがある。また、Si層は、CやCHの不純物を少なくしてエッチング作用の阻止効果を高めるために、TMSの導入流量を小さくして形成するのがよい。

#### [0010]

第2工程において形成するナノダイヤモンド層は、ダイヤモンドの核となる大きさナノメートルオーダーのSP3構造のナノダイヤモンドを均一に含むダイヤモンドライクカーボン層である。なお、ナノダイヤモンド層は、一般のダイヤモンドライクカーボン層に比して、硬度が大きく、水素を多く含む点で相違している。ナノダイヤモンド層を形成する際、メタンやアセチレン、トルエンなどの炭化水素系の原料ガスを単体として、または複数種を混合して水素とともに真空槽に導入し、所定の電力密度の高周波電力、マイクロ波電力の一方または双方を投入してプラズマ化し、被処理物体に供給する。水素の添加量は、原料ガスに対し、流量比にして0.5~13倍、特に好ましくは5~10倍とするのがよく、この範囲以外の添加量では、第3工程におけるダイヤモンドの生成量が却って低下する傾向がある。

# [0011]

第3工程において成長させるダイヤモンド層は、水素を導入することにより、ナノダイヤモンド層内のナノダイヤモンドをダイヤモンドに成長させて作る。なお、水素は、ガスとして導入し、マイクロ波電力を投入して被処理物体のまわりでプラズマ化してもよく、マイクロ波電力によってラジカル化してから被処理物体に供給してもよい。また、このとき、僅かの一酸化炭素、二酸化炭素などを添加することにより、低温プロセスにおけるグラファイトの析出を抑えることができる。ダイヤモンド層は、ナノダイヤモンド層に含まれるナノダイヤモンドを結晶に成長させるから、ダイヤモンドの粒径が数100nm以下に揃っており、層内におけるダイヤモンドの分布も極めて均一にすることができる。

# [0012]

第1、2工程において、負のパルス電圧をバイアス電圧として被処理物体に印加すれば、プラズマ中のイオンを加速させ、中間層、ナノダイヤモンド層の密着強度を向上させることができる。なお、パルス電圧は、プラズマの拡散時間と加速時間とを交互に創出し、被処理物体に対する各層の付きまわりをよくすることができる。

# [0013]

第1、2工程を統合して実行すれば、中間層とナノダイヤモンド層とを複合層として形成することができる。すなわち、第1工程における中間層用の原料ガス、第2工程におけるナノダイヤモンド層用の原料ガスを混合して真空槽に導入してプラズマ化する。ただし、一般に、第1工程は、真空槽内の圧力を1Pa以下に設定し、第2工程は、数Pa程度に設定するから、このときの圧力は、第2工程用の圧力に設定するものとする。ちなみに、第3工程の真空槽内の圧力は、数10~100Pa程度に設定するものとする。なお、

第 1 、 2 工程は、両者を時分割的に交互に実行することにより、実質的に統合することも可能である。

## [0014]

第2発明の構成によるときは、第1~4工程を繰り返し実行することにより、第1工程による中間層、第2、3工程によるダイヤモンド層、第4工程によるダイヤモンドライクカーボン層を多層に繰り返し積層し、高品質の多層硬質炭素膜を被処理物体の表面に形成することができる。ただし、第4工程は、第2工程と同等の炭化水素だけを真空槽に導入してプラズマ化する。なお、第2発明において、第1~4工程を繰り返すごとに、第1工程を実行する際の中間製品を被処理物体とみなす。また、第2発明において、最初の第1工程を実行するに先き立って、たとえばArボンバードの準備工程を実行することにより、被処理物体の表面の不純物を除去することが好ましい。

【発明を実施するための最良の形態】

#### [0015]

以下、図面を以って発明の実施の形態を説明する。

## [0016]

多層硬質炭素膜の形成方法は、図1、図2の手順に従って実施する。ただし、図2(A)~(D)は、それぞれ図1のステップ(2)、(3)、(4)、(5)を最初に完了した段階における被処理物体Wの表面の模式断面図であり、図2(E)は、図1のステップ(2)~(6)を所定回数繰り返した後の同部位の模式断面図である。

# [0017]

被処理物体Wは、まず、準備工程において表面の不純物を除去する(図1のステップ(1)、以下、単に(1)のように記す)。つづいて、被処理物体Wは、第1工程により表面に中間層1を形成し((2)、図2(A))、第2工程において、中間層1上にナノダイヤモンド層2を形成する((3)、図2(B))。また、ナノダイヤモンド層2は、第3工程において、ダイヤモンド層3に成長させる((4)、図2(C))。なお、図1のステップ(2)~(4)は、この発明のダイヤモンド層の形成方法に対応している。

## [0018]

次いで、被処理物体Wは、第4工程により、ダイヤモンド層3上にダイヤモンドライクカーボン層4を形成する((5)、図2(D))。また、被処理物体Wは、図1のステップ(2)~(5)を所定回数繰り返して実行することにより((6)、(2)、(3)…(6))、中間層1、ダイヤモンド層3、ダイヤモンドライクカーボン層4からなるハイブリッド層を多層に積層し、高品質の多層硬質炭素膜を表面に形成することができる(図2(E))。

# [0019]

図1の一連の工程は、たとえば図3の多層硬質炭素膜の形成装置を使用して、一挙に処理することが可能である。

# [0020]

多層硬質炭素膜の形成装置は、真空槽 1 1 と、真空槽 1 1 に原料ガスを供給する原料ガス供給手段 2 0 と、真空槽 1 1 に水素ラジカルを供給するラジカル生成手段 5 0 と、ラジカル生成手段 5 0 に水素を供給する水素供給手段 3 0 と、電力供給手段 4 0 とを備えている。

#### [0021]

真空槽11には、被処理物体Wを載せる台座11aが組み込まれている。台座11aは、絶縁部材11bを介して真空槽11から電気的に絶縁され、バイアス電圧Vを印加する電源装置61に接続されている。真空槽11には、たとえば空気圧作動形の高速ゲートバルブ形の絞り弁12、開閉弁13を介して真空ポンプ14が連結されている。なお、真空槽11の上部には、ラジカル生成手段50が配置されている。

## [0022]

原料ガス供給手段20は、原料ガス用のボンベ21に流量調節弁22を付設して構成されている。流量調節弁22の出口側は、真空槽11内の台座11a上の被処理物体Wの近

10

20

30

40

傍に開口している。ただし、原料ガス供給手段20は、複数種の原料ガスを切り換えて、または混合して真空槽11に導入し得るように、図3に拘らず、原料ガスごとのボンベ2 1、流量調節弁22が並列して配置されているものとする。

### [0023]

電力供給手段40は、高周波発振器41を備えている。高周波発振器41は、整合回路42を介し、真空槽11内の台座11aの上方に配設するアンテナ43に接続されている

# [0024]

ラジカル生成手段50は、ラジカル生成槽51と、マイクロ波発振器52と、整合回路54を有する導波管53と、磁石55、55とを組み合わせて構成されている。円筒状のラジカル生成槽51は、真空槽11内の台座11aの上方に下向きに開口している。マイクロ波発振器52は、導波管53に接続されており、導波管53は、ラジカル生成槽51の周囲を一巡するように配設され、ランチャ51a、51aの上下に配置されている。なお、磁石55、55は、ランチャ51a、51aの上下に配置されている。

#### [0025]

水素供給手段30は、水素ガス用のボンベ31に流量調節弁32を付設して構成されている。流量調節弁32の出口側は、ラジカル生成槽51内に下向きに開口している。

#### [0026]

真空槽11内の台座11a上に二次元、三次元の任意形状の被処理物体Wを載せ、絞り弁12、開閉弁13を開いて真空ポンプ14を作動させると、真空槽11内を十分な真空度に排気することができる。そこで、原料ガス供給手段20の特定の原料ガス用の流量調節弁22を開いてボンベ21からの原料ガスを所定の流量だけ真空槽11に導入しながら、絞り弁12の開度を調節すると、真空槽11内の圧力を適切に設定することができる。

#### [0027]

また、電力供給手段 4 0 の高周波発振器 4 1 を作動させ、電源装置 6 1 を介して被処理物体 W に負のパルス電圧をバイアス電圧 V として印加する。高周波発振器 4 1 は、アンテナ 4 3 を介し、真空槽 1 1 内の被処理物体 W の周囲に拡散する原料ガスに高周波電力を投入し、原料ガスを電離させてプラズマ化するから、プラズマ中のイオンは、バイアス電圧 V により電気的に加速され、被処理物体 W の表面に衝突させることができる。なお、高周波発振器 4 1 は、アンテナ 4 3 を使用する誘導結合方式に代えて、真空槽 1 1 内に配設する適切な電極板を介し、容量結合方式により高周波電力を投入してもよい。

#### [0028]

一方、水素供給手段30の流量調節弁32を開いて水素をラジカル生成槽51に導入し、マイクロ波発振器52を作動させると、マイクロ波発振器52からのマイクロ波電力は、ラジカル生成槽51内の水素を電離させてプラズマ化し、水素ラジカルを生成することができる。なお、磁石55、55は、たとえばECR条件(電子サイクロトロン共鳴条件)を満たす磁場をラジカル生成槽51内に形成して水素ラジカルを高密度化し、生成された水素ラジカルは、真空槽11内の被処理物体Wに向けて供給される。

#### [0029]

ただし、図3において、マイクロ波発振器52、導波管53を除くラジカル生成手段50を省略し、真空槽11の周囲を一巡するようにして導波管53を設け、ボンベ31からの水素を真空槽11内に直接導入してもよい。また、このとき、水素供給手段30も省略し、原料ガス供給手段20から、必要に応じて水素を原料ガスの1種として供給してもよい。なお、このようにして真空槽11に直接投入するマイクロ波電力は、高周波発振器41からの高周波電力に代えて使用することができ、高周波電力と併用することも可能である。

# [0030]

図1の準備工程、第1~4工程の具体的な操業条件の一例を図4にまとめて示す。ただし、このときの真空槽11は、ラジカル生成手段50を省略して内径250mm、高さ23

10

20

30

40

10

20

30

40

50

0 mmの円筒形チャンバとし、マイクロ波発振器 5 2 からの導波管 5 3 を外周に一巡させて付設した。

# [0031]

Ar ボンバードの準備工程は、原料ガスとしてのAr (流量 4 0 sccm)を真空槽 1 1 に導入し、真空槽 1 1 内の圧力 0 . 5 Pa として、周波数 1 3 . 5 6 MHz の高周波電力 8 0 Wを投入するとともに、 - 0 . 5 kV、 2 kHz 、デューティ比 1 0 %のパルス電圧をバイアス電圧 V として被処理物体Wに加えている。処理時間は、約 1 0 分である。

# [0032]

中間層 1 を形成する第 1 工程は、原料ガスとして T M S (流量 1 0 sccm)を使用して圧力 0 . 7 Pa とし、高周波電力 8 0 Wを投入し、 - 2 kVのパルス電圧をバイアス電圧 V としている。処理時間は、最大 5 分である。

#### [0033]

ナノダイヤモンド層 2 を形成する第 2 工程は、原料ガスとして  $C_2H_2$  (流量 8 0 sccm) 、  $H_2$  (流量 5 0 0 sccm) を使用して圧力 6 . 6 Pa とし、他は第 1 工程と同条件として、処理時間最大 1 5 分としている。

#### [0034]

#### [0035]

第2工程によって形成されるナノダイヤモンド層2の膜特性の一例を図5、図6に示す

#### [0036]

図 5 によれば、原料ガスとしての  $C_2H_2$ と  $H_2$  との比率、すなわち水素流量比( $H_2$  /  $C_2H_2$ )により膜硬度が変化することがわかる。ちなみに、 $H_2$  /  $C_2H_2$ = 0 では、通常のダイヤモンドライクカーボン層ができるので、ここでは、 $H_2$  を僅かでも添加することにより、膜硬度が大きくなり、一般的なダイヤモンドライクカーボン層と異なる異質の膜が形成されることがわかる。

### [0037]

また、図 6 は、R N R A (R e s o n a n t N u c l e a r R e a c t i o n A n a l y s i s )法により、ナノダイヤモンド層 2 (N D 層)の最大水素含有量が通常のダイヤモンドライクカーボン層(D L C 層)の約 1 . 4 倍であることを示している。ただし、図 6 の横軸は、試料に照射する  $^{15}$  N ビームのエネルギであり、 0 . 1 M e V が膜厚約 1 0 0 nmに相当する。一方、縦軸は、 $^{15}$  N の照射数 2 0 0 0 0 カウント、照射時間 1 2 0 秒当りの 線収量を示し、横軸の膜厚相当の深さ位置における水素含有量に対応している。なお、図 6 には、水素含有量 1 4 . 4 %のアモルファス S i の基準試料に対する 線収量 1 3 3 5 が併せて図示されている。

#### [0038]

次に、ナノダイヤモンド層 2 を第 3 工程によって成長させたダイヤモンド層 3 について、 X 線回析装置により、ダイヤモンドの含有量を調査した(図 7 )。ただし、同図の横軸は、ナノダイヤモンド層 2 を形成する第 2 工程における水素流量比( $H_2$  /  $C_2H_2$ )であり、縦軸は、 1 1 1 のダイヤモンド構造に基づく 2 = 4 4 の回析ピーク値の X 線強度であり、 $H_2$  /  $C_2H_2$  = 0 の膜による規格値である。なお、 X 線の入射角度は、 0 . 4 。とした。図 7 によれば、 $H_2$  /  $C_2H_2$  = 0 . 5 ~ 1 3 の範囲でナノダイヤモンド層 2 を効率的に作ることができ、 $H_2$  /  $C_2H_2$  = 5 ~ 1 0 の範囲で特に良好であることがわかる。なお、ダイヤモンド層 3 内のダイヤモンドは、倍率 4 0 0 0 0 倍の 2 0 kV走査形電子

顕微鏡により、粒径数100nm以下のほぼ均一な粒状のダイヤモンドが隙間なく分布している状況を観察することができた(組織写真省略)。

#### [0039]

第1~4工程を繰り返し実行して形成する多層硬質炭素膜の膜特性の一例を図8、図9に示す。ただし、図8、図9において、(A)は、比較例として、特開2003-155 565号公報の発明による多層硬質炭素膜の特性を示し、(B)は、この発明による多層硬質炭素膜の特性を示す。また、図9の(C)は、一般的なダイヤモンドライクカーボン膜の特性である。なお、図8の膜硬度の測定条件は、図5のそれと同一である。

## [0040]

図8によれば、この発明による多層硬質炭素膜は、ダイヤモンドライクカーボン膜とほぼ同等の比較例に比して、膜硬度がほぼ2倍に向上していることがわかる。また、図9によれば、この発明による多層硬質炭素膜は、比較例や、ダイヤモンドライクカーボン膜に比して、単に摩擦係数が小さいだけでなく、使用による劣化や変動が極めて小さく、極めて安定であり、良好な品質であることがわかる。

## [0041]

以上の説明において、第2工程、第4工程の高周波電力は、それぞれマイクロ波電力に代えてもよく、マイクロ波電力と併用してもよい。また、第3工程において、 $H_2$  は、水素供給手段30、ラジカル生成手段50を介し、ラジカル化して真空槽11内の被処理物体Wに供給してもよい。なお、第1、2工程は、それぞれの工程用の原料ガスを混合して導入し、または、それぞれの工程を時分割的に交互に実行することにより、両者を統合して中間層1とナノダイヤモンド層2との複合層を形成することができる。

【図面の簡単な説明】

[0042]

【図1】工程手順図

【図2】模式断面説明図

【図3】形成装置の模式構造図

【図4】工程条件説明図

【図5】特性線図(1)

【図6】特性線図(2)

【図7】特性線図(3)

【図8】特性線図(4)

【図9】特性線図(5)

【符号の説明】

[0043]

W...被処理物体

1 ... 中間層

2 ...ナノダイヤモンド層

3 ... ダイヤモンド層

4 ... ダイヤモンドライクカーボン層

11...真空槽

特許出願人 独立行政法人 科学技術振興機構

株式会社 オンワード技研

作 道 訓 之 松 田 忠 秋

石川県

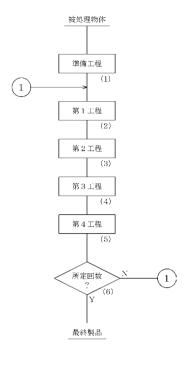
代理人 弁理士 松 田

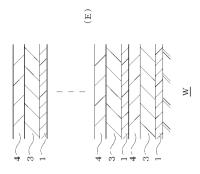
20

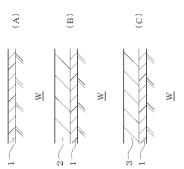
10

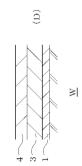
30

【図1】 【図2】

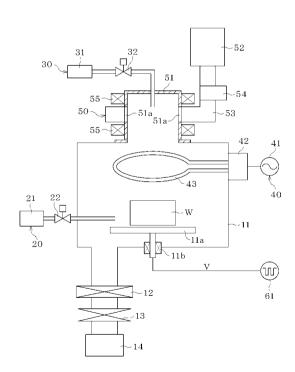








【図3】 【図4】

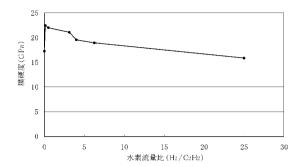


	<60	9	<15	\ \ 5	~10	
	-2	0	-2	-2		-0.5
]	RF:80	MW:3000	RF:80	RF:80		RF:80
3	C2[12:80	H2:100, CO:1	C2H2:80, H2:500	TMS:10		Ar:40
	1	35	6.6	0.7		0.5
	ダイヤモンドライク カーボン暦形成	ダイヤモンド成長	ナノダイヤモンド層形成	中間層形成		Ar ポンバード
注	第4工程	第3工程	第2工程	第1工程		準備工程

注1 RF:13, 56MHz 商局波電力、MW:2. 45GHz マイクロ波電力 注2 2kHz, dury10% ベルス電圧 注3 7NS:デトラメチルシラン(Si(CH)i)

# 【図5】





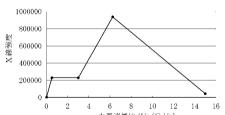
膜イメージ(膜厚測定値) DLC(70nm) ND(100nm) DLC(300nm) NDM/ DLC/g 5000 2000 1000 6.2 6.4 6.6 6.8 7.2 "N エネルギ (MeV)

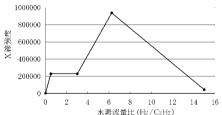
評価方法:超微小硬度計 メーカー:島津製作所株式会社 装置名 : DUH-W201S 荷重 : 9.8mN 負荷速度: 0.355mN/s

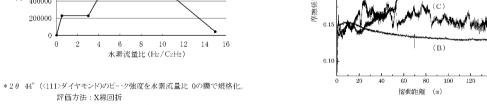
評価方法:共鳴核反応分析 膜厚測定法:エリプソメーター (Nuclear Reaction Analysis) メーカー : 日本分光株式会社 メーカー : 日本原子力研究所TIARA施設 装置名 : M-220 装置名 : 3MVタンデム加速器 入射角 : 50~55°

# 【図7】

# 【図9】



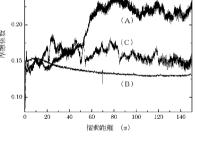




メーカー:ブルカーAXS株式会社 装置名 : D8 DISCOVER Hybrid Solution X線管球: Cu LFF 2.2kW(@40kV 40mA)

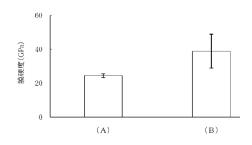
X線径 : 0.1mm×10mm

# 【図8】



装置名 : Tribometer ボール材:SUJ2 荷重 : 10N 回転半径:2mm 速度 : 100mm/s

測定方法:ボールオンディスク法



# フロントページの続き

(72)発明者 粟津 薫

石川県金沢市鞍月2丁目1番地 石川県工業試験場内

(72)発明者 安井 治之

石川県金沢市鞍月2丁目1番地 石川県工業試験場内

(72)発明者 作道 訓之

石川県金沢市泉本町5丁目40番1号

(72)発明者 長谷川 祐史

石川県能美郡根上町吉原町ワ13 株式会社 オンワード技研内

(72)発明者 川畠 丈志

石川県能美郡根上町吉原町ワ13 株式会社 オンワード技研内

(72)発明者 池永 訓昭

石川県金沢市北安江4丁目19-12-202

# 審査官 菊地 則義

(56)参考文献 特開2002-293687(JP,A)

特開2003-155565(JP,A)

特開平04-232273(JP,A)

特開2001-354491(JP,A)

(58)調査した分野(Int.CI., DB名)

C23C 16/00-16/56