

본 발명은 다이아몬드 공작편에 관한 것으로, 더 구체적으로는 화학 증착 기술에 기초한 그의 제조 방법에 관한 것이다.

다이아몬드의 경도와 열적 성질은 다이아몬드를 여러 가지 공업적 부품으로서 유용하게 하는 두 가지 특성이다. 초기에, 천연 다이아몬드는 여러 가지 연마용으로 사용되었다. 다이아몬드가 열적으로 안정한 탄소상인 조건하에서 촉매 및 소결 보조제를 사용하는 고압/고온(HP/HT) 기술에 의해 다이아몬드를 합성할 수 있으므로, 여러 가지 부가 생성물의 시장성이 발견되었다. 다결정질 다이아몬드 컴팩트(중중 원통형 또는 환형의 텅스텐 카바이드 지지체 상에 지지됨)는 다이아몬드 생산 라인을 추가로 연장시켰다. 그러나, 예를 들면 고온 및 고압 조건은 제품 형상에 있어서 한계가 되어 왔다.

최근에, 저압에서의 (준 안정 상태임) 다이아몬드 성장에 관한 산업적 노력이 눈부시게 증가했다. 저압 합성 기술에 의한 다이아몬드 생산 가능성이 수십년 동안 알려져 왔지만, 극단적인 저 성장 속도 등의 결점으로 인해 상업적으로 폭넓게 수용되지 못했다. 최근의 개발은 성장 속도를 더 증가시켜, 이 분야에서 최근의 산업적 관심을 고조시켰다. 그 이외에, 다이아몬드성 탄소(diamond like carbons) 및 탄화수소로 알려진 전혀 새로운 군(class)에 속하는 고체의 발견은 이러한 최근의 연구의 성과이다.

다이아몬드의 저압 성장을 당업계에서는 화학 증착법 또는 CVD라고 칭해왔으며, 문헌에서 두 가지 주된 CVD 기술의 잇점이 발견되었다. 이 중 한 기술은 탄화수소가스(통상적으로 메탄)와 수소의 묶은 혼합물을 사용하는데, 여기에서 탄화수소 함량은 대개 총 유량(용적)의 약 0.1% 내지 2.5%의 범위를 갖는다. 가스는 석영관을 통하여 유입되는데, 이 석영관은 약 1750°C 내지 2400°C 사이의 온도까지 전기적으로 가열되는 고온의 텅스텐 필라멘트 바로 위에 위치한다. 가스 혼합물은 필라멘트 표면에서 해리하고, 다이아몬드는 고온의 텅스텐 필라멘트 바로 밑에 놓인 가열 기판상에서 응축한다. 기판을 저항 가열 보트(boat)(중중 몰리브덴을 사용)내에 놓아 약 500°C 내지 1100°C 범위 내의 온도까지 가열한다.

두 번째 기술은 상기의 필라멘트 공정에 플라즈마(plasma)방전 단계를 포함한다. 플라즈마 방전은 핵형성 밀도, 성장 속도를 증가시키는 역할을 하는데, 개별적 입자를 생성하기 보다는 다이아몬드 필름의 형성을 향상시킨다고 믿어지고 있다. 이러한 분야에 이용되어오던 플라즈마 시스템 중에는 세 가지 기본적인 시스템이 있다. 하나는 마이크로파 플라즈마 시스템이고, 다른 하나는 RF(유도 결합 또는 용량 결합) 플라즈마 시스템이며, 나머지 하나는 직류 플라즈마 시스템이다. RF 및 마이크로파 플라즈마 시스템은 생성된 플라즈마에 전기에너지를 전기적으로 결합시키기 위해서 대개 복잡한 동조 또는 정합 망상 구조를 필요로 하는 비교적 복잡하고 비싼 장치를 이용한다. 게다가, 이러한 두 가지 시스템에 의해 생성된 다이아몬드 성장 속도는 그다지 빠르지 않을 수 있다.

지금까지는, CVD 다이아몬드를 텅스텐 카바이드 또는 다른 기판상에 피복시켜 절삭 공구 삽입물로 제조하거나(미합중국 특허 제4,707,384호 및 제4,731,296호), 붕소 또는 반도체를 제조하는 다른 원소와 함께 공침시켰다(예, 유럽 특허 공고 제286,306호 및 제282,054호).

본 발명은 CVD 다이아몬드 코팅이 복잡한 형상의 표면상에도 비교적 쉽게 증착될 수 있다는 사실을 이용한다. 게다가, CVD 다이아몬드 층이 증착된 기판과 인접한 다이아몬드 표면은 이러한 층이 증착되었던 기판의 표면 특성을 나타낸다는 것이 발견되었다. 다른 발견들 뿐만 아니라 상기의 발견으로 인해, 여러 가지로 활용될 수 있는 3차원 다이아몬드 공작편을 제조할 수 있게 되었다. 따라서, 본 발명은 고온의 CVD 다이아몬드 형성 온도까지 가열된 패턴(이 패턴은 공작편의 음판임)을 챔버(chamber)내에 놓는 단계를 포함하는 다이아몬드 공작편 제조 방법에 대해 기술한다. 상기 단계의 다음 단계로, 챔버 내에 탄화수소/수소의 가스 혼합물을 공급한다. 이어서, 가스 혼합물을 챔버 내에서 적어도 부분적으로 분해시켜 패턴의 표면 상에 CVD 다이아몬드 층을 형성/증착시킨다. 최종 단계로, CVD 다이아몬드 층을 패턴에서 제거시켜, 그 위에 다이아몬드 층이 형성되었던 패턴 표면의 표면 특성을 갖는 공작편을 형성한다. 본 발명의 방법에 따라 제조할 수 있는 적합한 공작편은 볼록 광학 거울, 오목 광학 거울 및 편평 광학 거울; 노즐, 와이어 다이(wire dies) 및 관형 공작편; 연마, 절삭, 마멸 및 기타 용도로서 유용한 곡선형, 모난형 및 요각형의 공작편; 및 다양한 부가 생성물을 포함한다.

본 발명의 잇점은 통상의 다이아몬드 공작편 제조 방법을 포함하는 것이다. 또 다른 잇점은 이러한 통상의 공작편을 재생적으로 제조할 수 있다는 점이다. 더 나아가서, 평활성, 질감성 등과 같은 목적하는 표면 특성을 나타내는 공작편을 제조할 수 있다는 잇점이 있다. 상기의 잇점 및 다른 잇점은 여기에 기술된 개시 내용을 바탕으로 당업자에게는 쉽게 명백해질 것이다.

다이아몬드 결정과 다결정질 다이아몬드 컴팩트 생산에 이용되는 통상적인 고압/고온 기술은 이들의 형성에 이용되는 필수적인 고압에 대해 적합한 형태에만 제한된다. 따라서, 통상적으로는 원통형 다결정질 다이아몬드 컴팩트가 생산되고, 이어서, 중간 생성물 형태 또는 최종 생성물 형태로 가공된다(예, 전기 방전 가공등). 복잡한 생성물 형상은 이러한 기술에 의해 생산하기가 어렵다. 그러나, 화학 증착 기술은 다이아몬드가 가스 혼합물로부터 가열된 기판 상에 직접 성장/증착되기 때문에, 그다지 제한되지는 않는다. 가스 혼합물이 전체 패턴 또는 패턴의 일부 상에 직면할 수 있기 때문에, 이러한 목적을 위해서는 가열된 기판 또는 패턴은 실제적으로 어떠한 형상도 가질 수 있다.

물론, 종래에는 복잡한 형상의 물체 상에 CVD 다이아몬드를 증착하는 것이 제안되었지만, 이러한 제안은 지지된 다이아몬드 생성물을 제조하고 있었다. 이에 비해, 본 발명은 패턴 또는 코어가 생성물을 형상화 하는 데는 사용되나, 이후의 단계에서 제거되어 최종 생성물의 일부를 이루지 않는 종래의 몰딩(molding) 공정과 유사한 공정을 채택하고 있다. 본 발명에서 CVD 다이아몬드 층이 증착/성장되는 패턴은 CVD 다이아몬드 층으로부터 제거되어 목적하는 형태의 3차원 다이아몬드 공작편을 생산한다. 몇몇 공작편은 다이아몬드 층의 어떤 부분이 그 층이 성장/증착되는 패턴에 라미네이트되거나 부착되어야 할 필요가 있을 수 있기 때문에 그 패턴을 모두 제거할 필요는 없다고 판단된다. 이러한 관점에서 다이아몬드 공작편은 패턴 제거 후에 다시 지지될 수도 있다. 예를 들면, 다이아몬드 공작편은 기계의 오목한 부분에 삽입될 수 있고, 금속은 다이아몬드 공작편의 노출 표면에 증착되어 이 공작편에 대한 지지체로 작용하거나 또는 공작편의 부착 등에 이용될 수 있다. 3차원 다이아몬드 공작편을 생산할 수 있으므로, 이제는 다양한

생성물 형태 및 응용 공정 계획이 가능하며, 당업계에서는 이를 더 발전시킬 것이다.

본 발명에 유용한 통상의 CVD 공정에 관하여, 첫 번째 단계로 탄화수소와 수소의 가스 혼합물을 CVD 반응기에 유입시킨다. 탄화수소원으로는 메탄계 가스(예, 메탄, 에탄, 프로판), 불포화 탄화수소(예, 에틸렌, 아세틸렌, 시클로헥센 및 벤젠) 등이 포함된다. 그러나, 메탄이 바람직하다. 탄화수소 대 수소의 몰비는 약 1:10 내지 약 1:1,000의 넓은 범위를 가지며, 약 1:100이 바람직하다. 이 가스 혼합물은 임의로 불활성 기체(예를 들어, 아르곤)를 이용하여 희석시킬 수 있다. 가스 혼합물은 당업계에서 공지된 몇몇 기술 중 하나를 사용하여 열에 의해 최소한 부분적으로 분해시킨다. 이러한 기술 중 하나는 일반적으로 텅스텐, 몰리브덴, 탄탈 또는 그들의 합금으로 형성되는 고온 필라멘트의 사용을 포함한다. 이러한 공정은 미합중국 특허 제4,707,384호에 기재되어 있다.

가스 혼합물의 부분적 분해 공정은 직류 방전 또는 무선 주파수 전자기 방사에 의해 플라즈마를 생성시킴으로써 행할 수 있으며, 이에 관한 문헌으로 미합중국 특허 제4,749,587호, 제4,767,608호 및 제4,830,702호, 및 마이크로파의 이용에 관한 미합중국 특허 제4,434,188호에 기재되어 있다. 미합중국 특허 제4,740,263호에 의하면 CVD 증착 과정 동안 기판은 전자에 의한 충격을 받을 수 있다.

부분 분해된 가스 혼합물을 생성시키는 데 사용되는 특별한 방법에도 불구하고, 기판은 통상적으로 입자의 크기를 최소화하기 위하여 다이아몬드 성장이 가장 빠른 속도인 약 500°C 내지 1100°C, 바람직하기로는 약 850°C 내지 950°C 범위의 고온의 CVD 다이아몬드 형성 온도에서 유지시킨다. 당업계에서는 약 0.01 내지 1000 Torr, 적합하기로는 약 100 내지 800 Torr 범위 내에 압력이 교시되어 있으며, 감압이 바람직하다. CVD 공정에 대한 세부 사항은 Science(1988.8.19) 제241호, pp. 913-921에 기재된 앵구스(Angus) 등의 Low-Pressure, Metastable Growth of Diamond and 'Diamondlike' phases와, Chemical and Engineering News(1989.5.15), pp. 24-39에 기재된 바흐만(Bachmann) 등의 Diamond Thin Films를 참고하여 더 살펴볼 수 있다.

패턴에 관하여, 구조물의 재료는 채택된 CVD 공정에 요구되는 고온의 CVD 다이아몬드 형성 온도에서 반드시 안정해야만 한다. 따라서, 적당한 재료로는 예를 들면 금속(예, 텅스텐, 몰리브덴, 규소 및 백금), 합금, 세라믹(예, 실리콘 카바이드, 질화 붕소, 질화 알루미늄), 유리 및 탄소(예, 흑연)가 포함된다. 또한, 혼합 조성물의 패턴이 필요에 따라 바람직하게 또는 편리하게 사용될 수 있다. 이들 재료는 더 이상의 가공이 필요하지 않은 여러 가지의 종래 기술에 의해 패턴을 형성시키도록 향상될 수 있다. 그 위에 CVD 다이아몬드 층이 성장되고 증착되는 패턴의 표면(들)은 목적하는 공작편의 음판 형태를 갖는 것이면 충분하다. 증착된 CVD 다이아몬드 층의 두께는 균일할 수도 있고, 또한 일부분은 당업계에 공지된 다른 기술에 의한 것보다 더 두꺼울 수도 있다. 공정 조건, 및 보다 중요하게는 공정 시간에 따라, 1 μm의 얇은 두께로부터 2000 μm 또는 그 이상의 두께까지 증착시킬 수 있다. 자가 지지를 위한 두께가 필요하지만, 위와 같은 다이아몬드 공작편에 백킹 또는 지지체를 부착할 수도 있으므로 그러한 층의 두께가 사용시 자가 지지되어야 할 필요는 없다.

일단, 목적하는 두께의 CVD 다이아몬드가 패턴 상에서 성장/증착되고 나면, 그 공정은 종결되고, 그 부분은 챔버에서 제거된다. 제거될 패턴은 식각 또는 용해되고 연마 또는 마멸과 같은 기술에 의하여, 또는 유사 공정에 의해 제거될 수 있다. 패턴에 대한 구조의 구체적인 형태 및 구체적인 재료를 사용하여, 기하학적 요건 및 열 팽창 계수의 차이의 조합에 의해 패턴으로부터 다이아몬드 층을 손으로 간단하게 분리할 수 있다. 상기에 의하면, 패턴의 어떤 부분은 보존되어, 선택적 제거가 실행될 수 있다. 경우에 따라, 패턴을 제거하기에 앞서서 백킹 재료를 노출된 다이아몬드 층에 증착 또는 부착시키는 것이 바람직할 수도 있다. 본 발명은 유연성을 가지므로 상기의 공정 및 다른 공정에 대한 변형이 모두 가능하다.

본 발명에 의하여 제조된 공작편의 가능성에 관해서는 도면을 참고한다. 제1도는 3개의 상이한 규소 패턴의 단면도를 나타내는데, 여기에서 표면 (10), (12) 및 (14)는 연삭, 연마되어 광학 거울 특성을 가졌다. 본 명세서에 기재된 바로부터 알 수 있는 바와 같이 규소 이외의 물질을 사용할 수 있다. 제2도에서, CVD 다이아몬드 층(16), (18) 및 (20)은 각각 표면 (10), (12) 및 (14)상에서 성장/증착된다. 이러한 CVD 다이아몬드 층의 상부 표면은 거친 결정질 질감을 나타냄을 알 수 있을 것이다. 제3도에서는, 규소 잉곳(ingots)을 부식제, 예를 들면, 화이트 에치(3중량부의 질산과 1중량부의 불화수소산)로 용해시켜, CVD 다이아몬드 층(16), (18) 및 (20)을 유리시키고, 거울 표면 (22), (24) 및 (26)을 각각 노출시켰다. 광학 표면(22)은 오목하고, 광학 표면(24)은 편평하고, 광학 표면(26)은 볼록하다. 표면 (22), (24) 및 (26)은 각각 표면 (10), (12) 및 (14)의 특성과 흡사하다. 광학 성분(18)은 두께가 1mm이었던 5.08cm(2인치) 직경의 규소 잉곳으로 제조되었고, 광학 성분(24)은 두께가 0.5mm이었다. 다이아몬드가 갖는 높은 용점(3277°C) 및 높은 열 전도도 때문에, 이러한 다이아몬드 거울은 다른 재료로 만들어진 거울의 장점보다 현저히 더 큰 레이저에 의한 손상에 대한 내성을 갖는다는 장점이 있다.

제4도를 참고하면, 다이아몬드 노출은 CVD 다이아몬드 층(28)이 몰리브덴 맨드릴(30)상에 증착되어 제조되는 것으로 나타난다. 몰리브덴을 식각하면, 제4B도에 나타나 있는 다이아몬드 노출(28)이 얻어진다. 실험에 의해 CVD 다이아몬드 150 마이크로 (6mils)이 900°C에서 유지된 4mil 몰리브덴 와이어 상에 증착됨이 증명되었다. 질산을 사용하여 몰리브덴 맨드릴을 식각함으로써 제4B도에서 보는 바와 같이 평활한 원형의 내부 표면을 갖는 4mil 직경의 발라스(ballas) 다이아몬드 튜브를 얻었다. 고리(28)을 제조할 수 있는 구멍 크기에는 실질적으로 제한이 없다고 판단된다. 그 문제에 관해서는, 구멍의 어레이가 제4도에서 보여지는 단 1개의 맨드릴 대신에 맨드릴 어레이로 개시함으로써 만들어질 수 있다.

제5(a)도 및 제5(b)도를 참고하면, 계단형 또는 홈형 패턴을 몰리브덴으로부터 제조한 것이 도시되어 있으며, 여기에서는 5mm 간격의 규칙적인 정방형 패턴의 동일한 홈이 몰리브덴 기판에 기계로 형성되었다. 이러한 홈의 대표적인 것으로서 홈(32)은 0.0762 cm(0.03인치)의 폭과 0.03302cm(0.013인치)의 깊이를 갖고, 인접한 홈과의 중심 대 중심까지의 간격은 5mm이다. 패턴 중 홈이 없는 부분의 두께는 3.81mm(0.15인치)이었다. 몰리브덴 패턴의 제거시 제5(c)도에 나타나 있는 바와 같이 다이아몬드 공작편(34)이 원상태로 되었다. 다이아몬드 공작편(34)의 접합부를 절삭 도구를 생산하는 카바이드 기판

에 땀납하였다. 이러한 작업에 기초하여, 패턴 기판을 적절히 제조하여 지그재그형, 곡선형 및 기타 횡단형을 얻을 수 있음이 명백하다.

다른 실험에서, CVD 다이아몬드를 두께 0.0762cm(0.03인치), 직경 3.175cm(1¼인치)인 흑연 디스크 상에 증착시킨 후, 흑연 디스크를 제거하였다. 제6도에 도시된 바와 같은 CVD 다이아몬드 공작면(35)을 얻었다. 흑연 디스크의 일면뿐만 아니라 측면도 피복되어졌음이 관찰될 것이다. 그러나, 디스크 배면의 단지 일부분만이 다이아몬드로 피복되어 복잡한 요각형 다이아몬드 층 형상을 형성하였다.

패턴이 제거되기 전이나 후에, 다른 기판 재료에 백킹 및(또는) 부착 수단(예를 들어, 땀납 등)을 제공하는 CVD 다이아몬드 공작면의 노출 표면 상에 CVD 또는 기타 기술을 사용하여 금속을 증착할 수 있다고 판단된다. 상술한 바와 같이, 도면에서 설명된 다이아몬드 공작면 중 어느 것이든지 카바이드 또는 다른 기판 재료에 부가적으로 부착되어 여러 응용 분야에 유용한 세그먼트 또는 도구를 형성할 수 있다. 또한 도면에서 설명되는 공작면 형태는 단지 본 발명의 내용에 의해 제작될 수 있는 많은 공작면을 예시하는 것이다.

본 명세서의 모든 인용 문헌의 개시 내용이 참고로 포함된다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

(a) 500 내지 1100°C의 CVD 다이아몬드 형성 온도까지 가열된, 3차원 다이아몬드 공작면의 음판인 다중-평면 패턴을 챔버 내에 넣는 단계, (b) 상기 챔버 내에 탄화수소/수소 가스 혼합물을 0.01 내지 1,000Torr의 압력으로 제공하는 단계, (c) 상기 챔버 내에서 상기 가스 혼합물을 적어도 부분적으로 분해시켜 상기 다중-평면 패턴의 하나 이상의 표면 상에 CVD 다이아몬드 층을 형성시키는 단계, 및 (d) 상기 CVD 다이아몬드 층으로부터 상기 패턴을 제거하여 형성되어 있던 패턴의 표면 특성을 갖는 다이아몬드 공작면을 형성시키는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 3차원 다이아몬드 공작면의 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 가스 혼합물 중 탄화수소 대 수소의 몰비가 1:10 내지 1:1,000의 범위인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 3

제2항에 있어서, 상기 가스 혼합물이 추가로 불활성 기체를 함유하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 가스 혼합물의 탄화수소가 메탄으로 이루어진 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 패턴이 금속, 합금, 세라믹 또는 탄소로부터 제조되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 형성된 CVD 다이아몬드 층이 1 내지 2000µm 범위의 두께를 갖는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 CVD 다이아몬드 층이 형성되는 상기 패턴의 표면이 광학 거울 특성을 갖도록 마감 가공되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 8

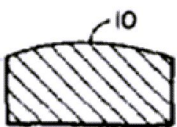
제1항에 있어서, 상기 제거된 CVD 다이아몬드 층이 지지체에 부착되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 9

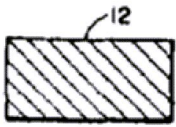
제8항에 있어서, 상기 지지체가 금속, 합금 또는 세라믹인 것을 특징으로 하는 방법.

도면

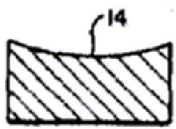
도면 1a



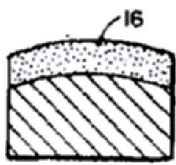
도면1b



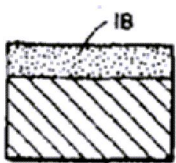
도면1c



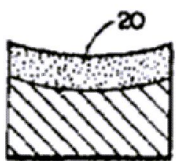
도면2a



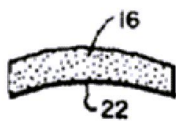
도면2b



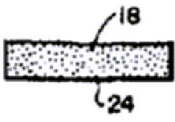
도면2c



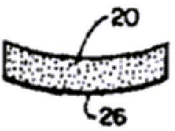
도면3a



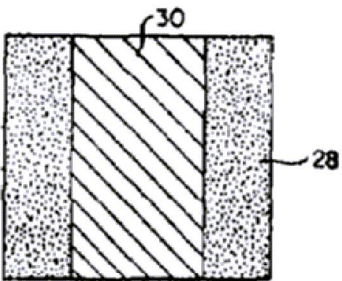
도면3b



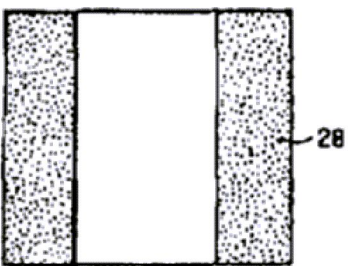
도면3c



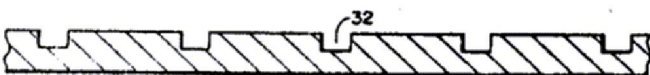
도면4a



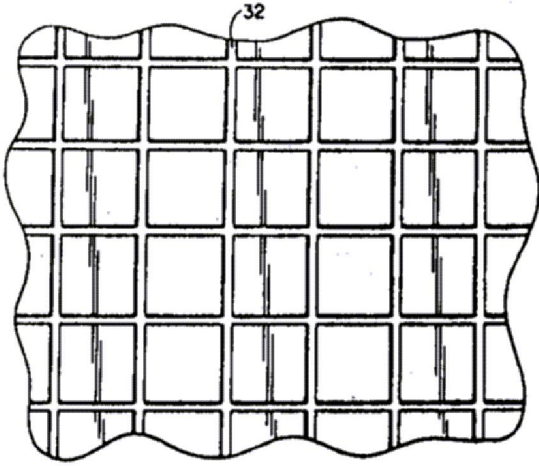
도면4b



도면5a



도면5b



도면5c



도면6

