

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl. ⁶ C01B 31/06 C30B 29/04	(45) 공고일자 (11) 공고번호 (24) 등록일자	1996년07월25일 특1996-0010086 1996년07월25일
(21) 출원번호 (22) 출원일자	특1993-0030636 1993년12월29일	(65) 공개번호 (43) 공개일자
		특1999-1000001 1999년01월01일

(73) 특허권자	한국과학기술연구원 김은영
(72) 발명자	서울특별시 성북구 하월곡동 39-1 (우:136-130) 이옥성 서울특별시 동작구 노량진 1동 119-114 백영준 서울특별시 노원구 하계동 우성아파트 110-407 은광용 서울특별시 송파구 문정동 150 웨밀리아아파트 234-1501
(74) 대리인	박장원

심사관 : 임창수 (책자공보 제4571호)

(54) 고밀도 직류 글로우 방전에 의한 다이아몬드막 증착방법

요약

내용없음

대표도

도1

명세서

[발명의 명칭]

고밀도 직류 글로우 방전에 의한 다이아몬드막 증착방법

[도면의 간단한 설명]

제1도는 다이아몬드막 합성용 직류 글로우 방전 증착장치에 대한 개략구조도.

제2도의 (가)(나)는 평판형 음극을 사용한 경우의 플라즈마 형성양상을 보인 것으로, (가)는 평판형 음극의 크기가 작은 경우이고, (나)는 평판형 음극의 크기가 큰 경우이다.

제3도의 (가)~(나)는 나선형 필라멘트 음극을 사용한 고밀도 직류 방전에서 플라즈마의 형성양상과 필라멘트 지지구조를 보인 것으로, (가)는 유지시간이 수시간 이하인 경우의 플라즈마 형성양상이고, (나)는 유지시간이 수시간 이상인 경우의 플라즈마 형성양상이며, (다), (라)는 필라멘트 지지구조의 예를 나타낸 것이다.

제4도의 (가), (나)는 본 발명의 U자형 필라멘트 음극구조와 플라즈마 형성양상을 보인 것으로, (가)는 정면도이고, (나)는 측면도이다.

* 도면의 주요부분에 대한 부호의 설명

20 : U자형 필라멘트 21 : 필라멘트 홀더

22 : 기판 23 : 홀더지지봉

24 : 양광주

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 고밀도 직류 글로우 방전법을 이용한 다이아몬드막의 형성방법에 관한 것으로, 특히 음극의 형태를 복수개의 U자형 필라멘트가 일렬로 배열되도록 구성하고, 이 U자형 필라멘트 음극의 온도를 고온으로 유지시켜 양광주가 대면적 기판위에 균일하게 형성되게 하고 그 양광주가 장시간 안정되게 유지되도록 함으로써 대면적, 고품위의 다이아몬드막을 증착시킬 수 있도록 한 고밀도 직류 글로우 방전에 의한 다이아몬드막 증착방법에 관한 것이다.

종래의 다이아몬드 합성방법중 대표적인 기상합성기술의 한 형태로 직류 글로우 방전 화학증착법(dc glow discharge CVD)이 알려져 있는데, 이 방법을 이용한 다이아몬드의 합성과정을 제1도에 도시된 바의 직류 글로우 방전 화학증착장치를 참조하여 설명하면 다음과 같다.

진공상태의 반응용기(1) 내부에 음극(2)과 양극(3)이 일정간격을 유지한 채 상하로 대향되게 설치되며, 반응용기(1)는 용기내부를 진공상태로 유지시키기 위한 진공펌프(4)와 원료가스의 도입을 위한 원료가스 공급장치(5)가 설치되고, 음극(2)은 음극현수봉(6)에 의해 음극홀더(7)에 지지되며, 음극홀더(7)측으로는 직류전력공급장치(8)로 부터 인가되는 직류전력이 공급되도록 구성되어 있다.

이러한 직류 글로우 방전 증착장치를 이용하여 양극(3)의 상부에 놓여진 기판(9)에 다이아몬드막을 합성하는 과정은, 직류전력공급장치(9)를 통해 음극(2)과 양극(3) 사이에 전압을 가하고, 원료가스공급장치(5)로부터 반응용기(1) 내부로 원료가스를 유입시켜 양전극(2)(3)사이의 공간에서 플라즈마를 형성시킴으로서 원료가스를 분해하여 기판(9)의 표면에 다이아몬드막의 합성이 이루어지게 된다.

이때, 다이아몬드막의 증착속도를 최대 수십 $\mu\text{m}/\text{h}$ 수준으로 높게 유지시키기 위해서는 반응가스의 압력을 100~200토르(torr) 내외로 높게 하고 방전전류 밀도도 $0.5\text{A}/\text{cm}^2$ 이상으로 높게 하여 글로우-아크천이 영역에서 방전을 행해야 한다. (참조 : 일본특허공고 평2-133398)

이러한 고밀도 글로우 방전에서는 양극(3)에 위치하는 기판(9)의 직상(直上)에 뚜렷한 발광영역이 형성되는데, 이 영역은 양광주(positive column, PC)라 불리운다. [참조 : Kazuhiro Suzuki, Atsuhito Sawabe and Inuzuka, Jap.J.Appl.Phys., 29(1990) 153]

다이아몬드는 이 양광주와 접촉한 기판면 혹은 그와 근접한 기판부위에서만 증착됨으로 양광주가 기판중심축에 대하여 대칭되고 균일하게 형성되어야 만이 증착되는 다이아몬드막의 두께와 특성이 균일하게 된다.

한편, 기상합성법에 의한 다이아몬드막의 증착기술에 있어서는 다이아몬드막을 가능한 넓은 면적을 갖도록 증착하는 것과 다이아몬드막이 충분한 기계적 내구성을 유지할 수 있도록 두껍게 증착하는 것은 산업적으로 매우 중요한 의미를 지닌다.

특히, 기상합성 다이아몬드막을 적외선용 광학창, 브레이징타입(brazing type)의 절삭공구, 반도체기판 또는 히트싱크(heat sink)등의 용도로 사용하기 위해서는 두께가 100 내지 수백마이크론 이상의 두꺼운 자유막(free-standing film)으로 하여야 하는데, 직류 글로우 방전법을 이용한 다이아몬드막의 증착속도 중 지금까지 보고된 바의 최대 증착속도인 $20\mu\text{m}/\text{h}$ 의 증착속도하에서도 두께 1mm의 다이아몬드막을 얻기까지는 약 50시간이 요구되고 있다.

이와같이 약 50시간이라는 긴 증착시간동안에 걸쳐 안정적인 증착공정이 이루어지기 위해서는 플라즈마가 불안정하여 소실(extinguish)되거나 방전전류가 크게 약화되지 않고 안정적으로 유지되어야만 가능하다.

그러나, 종래의 고밀도 글로우 방전에 의한 다이아몬드의 합성시에는 음극과 기판간에 불규칙하고 돌발적으로 아크가 발생하여 양광주가 소실됨으로 인해 장시간의 안정적인 증착은 현실적으로 불가능하다는 문제점이 있다.

그런데, 기존의 연구자들은 이러한 돌발적인 아크발생에 의한 플라즈마의 소실현상을 방전의 전기적 특성에 기인하는 것으로 인식하여 주로 전기회로적인 측면에서 대책을 시도하였으나 이러한 시도는 실용상 많은 문제점이 지적되고 있다.

즉, 기존의 연구자들은 1000 ohm 내외의 대용량의 안정저항을 사용하거나 [k. Suzuki and T. Inuzuka, 表面技術, 42 (991) 1196; D. Satrapa, R. Haubner and B. Lux, Surface and Coatings Technology, 47 (1991) 59], 직류전력공급장치 대신에 직류펄스를 사용하거나[D. Satrapa, R. Haubner and B. Lux, Surface and Coatings Technology, 47 (991) 59], 양극에 자기장을 걸어주는 방법 [M. Nesladek, Investigation of rotating DC-discharge for diamond deposition, in Diamond 1992, Proc. Third Int. Conf. on The New Diamond Science and Tech. jointly with 3rd European Conf. Diamond, Diamond-like and Related Coatings, Aug. 31-sept. 4 (1992) Heidelberg, Germany, Ed. by P.K. Bachmann, A. T. Collins, M. Seal, Elsevier Sequoia, (1993) 357]등을 사용하였다.

그러나, 대용량의 안정저항을 사용하면 안정저항에서의 전력소모가 너무 커서 실용상 대면적 고속증착이 불가능한 단점이 있다. 또 직류펄스를 사용하는 방법은 통상의 직류전력공급장치의 비하여 펄스발생장치의 가격이 높으며 단위시간당 전력공급량이 작아서 증착속도가 작은 단점이 있을 뿐더러, 아크를 완벽하게 방지하지 못하는 단점이 있다. 그리고, 양극에 자기장을 걸어주는 방법 또한 별도의 자기장 형성회로를 양극에 설치하여야 하는 번거로움이 있을 뿐 아니라 역시 아크를 완벽하게 방지하지 못하는 단점이 있다.

한편, 종래의 고밀도 직류 글로우 방전에 의한 다이아몬드막 증착방법에서도 직경 3~5cm 이상인 대면적의 기판상에 양광주를 균일하게 형성시키는 것이 곤란하여 직경 3~5cm 이상인 대면적의 균일한 두께와 특성을 가지는 다이아몬드막을 증착시키는 것이 불가능할 뿐만 아니라 충분한 두께의 다이아몬드막을 증착시키는 것도 불가능하다.

이와 같이 고밀도 직류방전법에 의한 다이아몬드막 합성시 증착막의 증착면적크기는 음극의 크기 및 형태와 밀접하게 관련되어 있는데, 종래의 직류방전법에서는 주로 원판(disk), 봉(rod) 또는 관(tube) 등이 사용되고 있으며, 이러한 종래의 음극중 평판상의 원판형 음극의 경우에 있어서 음극의 크기에 따른 고밀도 직류방전의 플라즈마의 형성양상의 변화를 제2도에 의거하여 살펴보면 다음과 같다.

제2도의 (가)는 음극의 직경이 1cm 내외로 작은 경우이고, (나)는 음극의 직경이 3~5cm 이상으로 큰 경우에 대한 것으로, 먼저 제2도의 (가)의 경우에는 음극지지봉(11) 하단부의 음극(12)과 기판(10) 사이의 공간부 내에 형성되는 양광주(13)가 기판(10) 중심축에 대칭적으로 균일하게 형성되고 있음을 알 수 있다. 그러나 이때 형성되는 양광주(13)는 직경에 작기 때문에 증착면적이 제한되는 단점이 있다.

한편, 양광주의 직경은 음극의 직경에 비례하여 증가되는 특성을 지니므로 제2도의 (나)에서와 같이 음극(12')의 직경을 3~5cm 이상으로 크게 하면 양광주의 직경도 이에 비례하여 커질 것으로 예상된 실제에 이

어서는 음극의 양극 대향부위가 방전전류에 의해 균일하게 가열되지 못하고 국부적으로 가열되어 양광주(13')의 상단부가 음극(12')의 집중가열부위쪽으로 치우쳐 형성됨으로써 다이아몬드막을 균일한 대면적으로 증착하는 것이 불가능해진다.

이러한 경향은 음극의 직경이 증가될수록 심해진다. 다이아몬드막의 대면적 증착을 위해서는 기판의 면적에 비례하여 음극의 면적도 증대되어야 하므로 이러한 현상은 대면적 증착에 심각한 제약으로 작용한다.

따라서, 이러한 현상의 방지를 위해서는 보다 균일하게 음극의 가열을 하여야 하는데, 이를 위해서는 음극의 비표면적이 가능한한 크게 유지되도록 하는 것이 바람직하다.

한편, 내구성이 유지되는 한도내에서 가장 높은 비표면적을 갖는 대표적인 형상은 필라멘트(filament)로서, 각종 전열기를 비롯하여 열 필라멘트(hot filament)법이나 EACVD등의 다이아몬드 기상합성법에서는 나선형 필라멘트(spiral filament)가 널리 사용되고 있다.

제3도는 이와같은 나선형 필라멘트를 고밀도 직류 글로우 방전 장치의 음극으로 사용한 경우를 도시한 것으로 (가)는 방전 초기 상태에 대한 것이고, (나)는 (가)의 상태에서부터 어느정도 시간이 경과한 후의 경우에 대한 것이며, (다) 및 (라)는 각각 필라멘트의 지지구조를 예시한 것이다.

제3도의 (가), (나)에서 필라멘트의 직경은 20~30mm 정도이고 기판의 직경은 30~50mm 정도로서, 제4도의 (가)에서와 같이 새로운 필라멘트(14)를 장착한 후 유지시간이 수시간 이내일 때에는 기판(15)의 중심축을 중심으로 대칭적으로 배럴(barrel)형태의 양광주(16)가 대면적상에 형성되어 균일한 증착이 이루어진다.

그러나, 시간이 경과함에 따라 필라멘트가 심하게 뒤틀리기 시작하여 일정시간이 지난 후에는 제3도의 (나)와 같이 뒤틀린 필라멘트(14')의 아랫쪽에 형성되는 양광주(16')가 한쪽으로 치우침으로써 불가능해지게 되는데, 그 이유는 다음과 같이 판단할 수 있다.

즉, 나선형 필라멘트의 직경이 커질수록 양광주와 접촉하는 필라멘트의 하반부와 이보다 멀리 떨어진 상반부 사이의 온도차이가 증가되는데, 일예로 하반부의 온도가 약 2100℃ 이상인 경우에도 상반부의 온도는 약 1000~1300℃로서 필라멘트의 상, 하반부 사이에는 수백도 가량의 온도차이를 보이게 된다.

일반적으로 나선형 필라멘트는 텅스텐, 탄탈륨등의 고용점 금속으로 제조되는데, 이러한 필라멘트는 탄소 농도가 높은 다이아몬드 합성분위기중의 2100~2300℃의 온도에서 탄화되어 탄화물로 변화되는 것으로 알려져 있다.

이때 필라멘트가 탄화물로 양상은 필라멘트의 국부온도에 따라 다르게 나타난다.

즉, 온도가 2100℃ 이상인 필라멘트의 하반부는 도선의 균열이나 갈라짐등이 관찰되지 않는 반면에 온도가 그보다 수백도 이상 낮은 필라멘트의 상반부는 균열, 갈라짐등이 심하게 발생하게 된다.

그런데, 나선형 필라멘트는 하나의 도선으로 형성된 일체형 구조로 이루어져 있음으로 인해 탄화시 하반부에 변형이 발생하지 않더라도 상반부중 어느 한 부분에서라도 변형이 있게 되면 필라멘트 전체가 뒤틀리게 하여 제3도의 (나)와 같은 형상으로 변형되어 버리고 만다.

이에따라 제3도의 (나)에서와 같이 양광주의 형상도 일그러져서 결국 다이아몬드막의 균일한 증착이 불가능해진다.

따라서, 본 발명은 종래의 고밀도 직류 글로우 방전에 의한 다이아몬드막의 증착방법이 지니고 있는 상기의 문제점을 해결하기 위한 것으로, 음극의 형태를 복수개의 U자형 필라멘트가 평행하게 일렬로 배열되도록 구성하고, 이 U자형 필라멘트 음극의 온도를 2100~2300℃ 이상으로 유지시켜 음극과 기판 사이에 형성되는 플라즈마가 균일하게 형성되도록 하는 한편 그 양광주가 장시간 안정되게 유지되도록 함으로써 대면적 고품위의 다이아몬드막을 증착시킬 수 있도록 한 고밀도 직류 글로우 방전에 의한 다이아몬드막 증착방법을 제공하는데 발명의 목적을 두고 있다.

본 발명은 종래의 나선형 필라멘트의 경우 탄화에 따른 뒤틀림에 의해 양광주가 한쪽으로 치우쳐서 형성됨으로써 불균일한 증착이 초래되는 단점을 감안하여 직선상의 단선을 U자형으로 절곡가공한 복수개의 U자형 필라멘트를 견고한 필라멘트 홀더에 평행하게 배열되도록 매단(suspended)형태를 취함으로써 합성시 필라멘트의 뒤틀림을 방지하도록 한 데에 기술적 특징이 있다.

본 발명의 또 하나의 기술적 특징은 U자형 필라멘트의 플라즈마와 접촉하는 부위의 온도를 2100~2300℃ 이상의 고온으로 유지시킴에 의해 고상탄소(solid carbon)의 증착을 방지함으로써 돌발적인 아크발생을 방지한 데에 있다.

그리고, 본 발명은 음극의 온도를 2100~2300℃ 이상의 고온으로 유지하는 상기의 방법과 함께 음극의 형태를 이와같은 고온유지에 적합하게 조정하도록 한 데에 또 다른 기술적 특징이 있다.

이와같은 본 발명의 다이아몬드막 증착방법에 대해 제4도에 도시되어 있는 본 발명의 일실시예 음극구조에 의거하여 상세하게 설명하면 다음과 같다.

제4도의 (가)는 정면도이고, (나)는 측면도로서, 직경 0.5~1mm의 고용점 금속(텅스텐, 탄탈륨등) 도선을 절곡시켜 U자형으로 가공한 U자형 필라멘트(20)는 양측 상단부가 필라멘트 홀더(21)에 형성되어 있는 삼입구멍(21a)에 끼워진 상태에서 필라멘트 홀더(21)의 윗쪽으로 돌출된 단부(20a)가 다시 수평방향으로 절곡됨으로써 필라멘트 홀더(21)에 단순히 매달린 상태를 유지하도록 하여 탄화된 필라멘트가 필라멘트 홀더(21)로부터 기계적 구속을 받지 않도록 하는 것이 바람직하다.

이때, 각 U자형 필라멘트(20)는 필라멘트 홀더(21)의 양 외측에 일렬로 형성된 각 삼입구멍(21a)을 통해 지지됨에 따라 전체적인 U자형 필라멘트(20)의 배열상태는 등간격을 유지한 채 일렬로 평행하게 걸려 있는 상태로 된다.

그리고, U자형 필라멘트(20)의 양측 하부 모서리부(20b)는 완만한 곡선을 이루도록 하여 전기장의 집중을

방지하여야 하고, 필라멘트 홀더(21)의 삼입구멍(21a) 직경은 필라멘트가 탄화된 후의 부피팽창을 고려하여 U자형 필라멘트(20)의 직경에 비해 충분히 크게 형성하는 것이 바람직하다.

한편, U자형 필라멘트(20)의 수평방향 길이(a)와 배열된 U자형 필라멘트의 총길이(c) 기판(22)의 직경과 같거나 약간 작게 설정한다.

그리고, U자형 필라멘트(20)의 수직방향길이(b)는 수평방향길이(a)를 크게 벗어나지 않는 범위 내에서 변화가 가능하다.

앞서 살펴본 바와 한개의 도선으로 일체형으로 이루어져 있는 나선형 필라멘트에서는 하반부에 비해 온도가 낮은 상반부에서 뒤틀림이 야기되나, 본 발명의 음극은 각각 독립된 U자형 필라멘트(20)의 집합으로 구성되어 있고, 또한 그 상반부가 견고한 필라멘트 홀더(21)로 대치되어 있기 때문에 뒤틀림을 야기할 지온부가 존재하지 않는다.

또한, 각각의 U자형 필라멘트(20)의 탄화에 따른 약간의 변형이 발생하는 경우에도 그 변형은 각기 독립된 U자형 필라멘트(20)에만 국한되므로 전체적인 필라멘트 배열의 형상에는 영향을 주지 않는다.

따라서, 본 발명의 U자형 필라멘트(20) 집합형태의 음극구조에서는 상기 종래의 나선 필라멘트에서와 같은 심한 뒤틀림은 전혀 발생하지 않는다.

또한, 본 발명의 U자형 필라멘트(20)는 그 몸체가 직경 1mm 내외의 가느다란 필라멘트로 이루어져 있으므로 종래의 원판, 봉 또는 관형태의 음극에 비하여 매우 균일한 가열이 이루어진다.

이때, U자형 필라멘트(20)의 온도는 홀더지지봉(23)과 필라멘트 홀더(21) 사이의 접촉도 및 필라멘트 홀더(21)의 열용량을 변화시켜 공급전력량과는 별도로 독립적으로 조절할 수 있으며, 이에 의해 U자형 필라멘트(20) 전체의 온도를 2100℃ 이상으로 유지할 수 있다.

따라서 고밀도 직류방전에 의해 형성된 양광주가 각 필라멘트에 균일하게 접촉되어 형성되고, 직경 5cm 이상의 대면적에 균일한 다이아몬드막을 증착시킬 수 있다.

이때, 양광주(24)는 제4도에 나타나 있는 바와같이 U자형 필라멘트(20)열(array)의 일부에 국한되지 않고 전체적으로 균일하게 분포하며 그 최대직경이 음극직경과 유사한 배럴(Barrel)형태를 취하며 균일하게 형성된다.

한편, 본 발명에서는 다이아몬드막의 합성과정에서 음극표면에 증착되는 고상탄소가 아크발생을 유발하여 플라즈마를 불안정화하고 소실시키는 주된 이유인 것으로 보고, U자형 필라멘트의 플라즈마와 접촉하는 부분의 온도를 2100~2300℃ 이상의 고온으로 유지함에 의해 고상탄소의 증착을 방지함으로써 별도의 아크방지장치를 전혀 사용하지 않고도 아크가 완전히 방지되도록 한다.

음극의 온도가 본 발명의 음극 온에 비해 수백도 이상 더 낮은 종래의 고밀도 직류 글로우 방전방법에서는, 다이아몬드가 합성되는 조건의 범위내에서 음극 표면에 예외없이 고상탄소가 증착되는데, 합성 개시 후 수시간이 지난 후 음극과 양극 사이에 아크가 돌발적으로 발생하여 방전이 불안정해져서 소실(extinguish)된다.

그런데, 반응조 내의 분위기 가스를 수소(hydrogen)만으로 하여 탄소원(carbon source)이 없는 경우에는 동일한 전압, 전류, 가스압력하에서도 아크가 발생하지 않으며 음극표면에서 고상탄소가 관찰되지 않는다. 따라서 음극과 기판, 음극과 양극 사이에 아크가 발생하는 이유는 음극 표면에 고상탄소가 증착되기 때문으로 판단된다.

본 발명의 방법과 같이 음극의 온도를 2100~2300℃ 이상으로 높이면, 탄화수소가스를 포함한 가스혼합기체를 반응가스로 사용하는 다이아몬드 합성조건에서도 안정저항의 크기는 100~50옴 이하로 작게 하고, 직류펄스발생기(dc pulse generator)가 아닌 통상의 직류 공급장치를 사용하여도 전혀 아크가 발생되지 않으며, 합성후 음극 표면에 고상탄소가 관찰되지 않고, 방전은 안정하게 유지된다.

합성중 고상탄소가 증착되지 않는 온도의 하한은 합성분위기중의 탄화수소 및 산소의 함량에 따라 달라진다. 산소를 첨가하지 않고 음극표면의 온도만을 상기의 온도 이상을 높이는 것에 의해서도 음극표면의 고상탄소증착을 방지하여 아크발생을 방지할 수 있다. 그러나 원료가스에 산소를 소량 첨가하면 보다 낮은 음극 온도에서도 고상탄소의 증착을 방지할 수 있다. 음극 표면에 고상탄소가 증착되는 온도 하한은 탄화수소 농도가 낮을수록, 산소의 농도가 높을수록 더 낮다.

필라멘트에 전기를 통하여 가열하여 가스분해원으로 사용하는 열 필라멘트 화학증착(hot filament CVD)방법에서 고상탄소의 석출은 일정한 온도 구간에서만 발생하며, 그 온도구간은 분위기중의 탄소량 및 산소 첨가여부에 따라 달라지는데, 산소가 첨가되면 그 구간이 감소하는 것으로 예측된 것[M. Sommer and F.W.Smith, New Diamond Science and Technology, (991) MRS Int. Conf. Proc., 443]에 의해서도 본 발명의 개념은 뒷받침되고 있다.

이상에서 밝힌 바와같이 본 발명의 방법에 의하면 음극의 형상과 온도를 제어함에 의해 직경 5cm 이상의 대면적 기판상에 양광주를 균일하게 형성되게 하고, 그 양광주가 장시간에 걸쳐 안정하게 유지되도록 함으로써 두께 수백 μ 내지 1mm, 직경 5cm 이상의 대면적, 고품위의 다이아몬드막을 증착시킬 수 있는 장점이 있다.

본 발명의 구체적인 방법과 특성은 다음의 실시예를 통하여 보다 명확하게 이해될 것이다.

[실시예 1]

직경 0.7mm의 탄탈롬 도선을 사용하여 제4도와 같은 음극을 구성하였다. 메탄 1~3%와 수소의 혼합가스를 반응가스로 하여, 가스압력 100~300토르 구간에서 전극간에 전압을 가하여 플라즈마를 형성시켰다. 전극간의 인가전압이 700~1000V, 전류밀도가 1~5A/cm²일때 음극의 온도는 2200~2400℃였다. 그 결과 필라멘트 음극에서는 고상탄소가 전혀 증착되지 않았고, 직경 30~50mm의 기판에 균일한 두께로 다이아몬드막이 증

착되었다. 증착속도는 시간당 5~50 μ 이었으며 다이아몬드막의 두께가 1mm내외 이상으로 두꺼워질 때까지 증착속도나 플라즈마 형상은 변화하지 않고 안정하게 유지되었다. 합성된 다이아몬드막의 색은 백색이었으며 Raman 분광분석결과 FWHM(Full Width at Half Maximum)값은 최소 3.0 내외의 값을 보였다.

[실시예 2]

실시예1과 동일한 조건에서 필라멘트 음극의 온도를 1800 $^{\circ}$ C로 유지한 결과 필라멘트 하단에 고상탄소가 증착되고 합성중에 아크가 발생하여 플라즈마가 소실됨으로써 장시간의 증착이 불가능하였다.

[실시예 3]

실시예1과 동일한 조건에서 반응가스로서 3%메탄-97%수소를 사용하고 산소는 첨가하지 않은 경우, 필라멘트의 온도가 2160 $^{\circ}$ C일때에도 음극표면에 고상탄소가 증착되었으며 그 두께는 시간에 따라 증가하였다. 동일한 조건에서 산소를 1% 첨가한 경우는 필라멘트 음극표면에 고상탄소가 증착되지 않았다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

글로우-아크 천이 영역에서의 고밀도 직류 글로우 방전에 의해 반응용기 내부의 음극과 양극 사이의 공간에 플라즈마를 형성시켜 기관상에 다이아몬드막을 증착시키는 방법에 있어서, 단선을 절곡가공한 U자형 필라멘트 복수개를 일렬로 평행하게 배열한 음극을 사용하고, U자형 필라멘트 음극의 온도를 2100~2300 $^{\circ}$ C 이상으로 하여 합성중 전극간 아크발생이 방지되도록 한 것을 특징으로 하는 고밀도 직류 글로우 방전에 의한 다이아몬드막 증착방법.

청구항 2

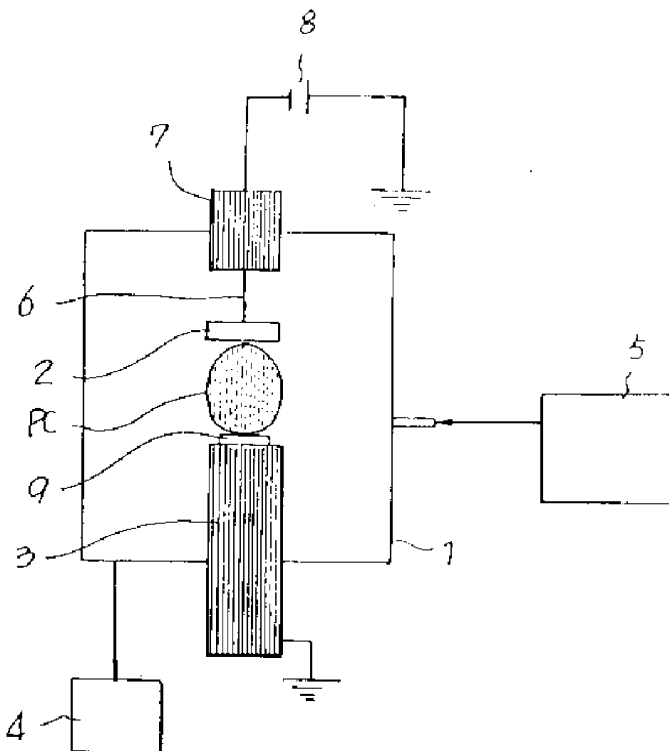
제1항에 있어서, U자형 필라멘트는 양단부가 필라멘트 홀더의 삽입구멍에 헐겁게 삽입되어 매달린 상태로 지지되는 것을 특징으로 하는 고밀도 직류 글로우 방전에 의한 다이아몬드막 증착방법.

청구항 3

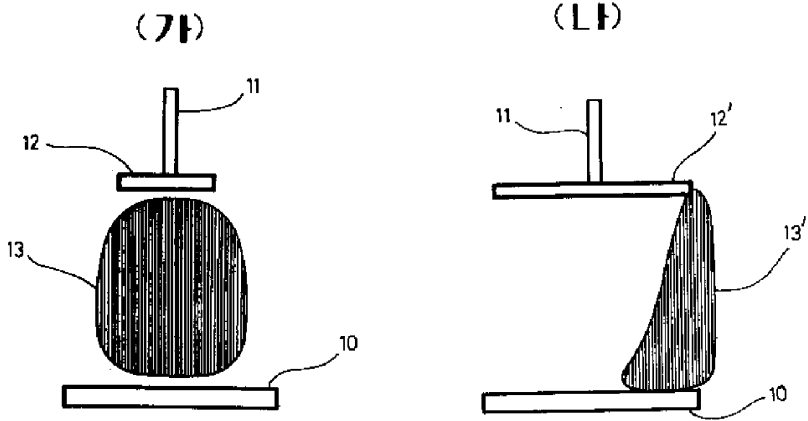
제1항에 있어서, 반응가스중에 산소를 소량 첨가하여 고상탄소 증착온도의 하한을 낮추도록 한 것을 특징으로 하는 고밀도 직류 글로우 방전에 의한 다이아몬드막 증착방법.

도면

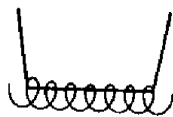
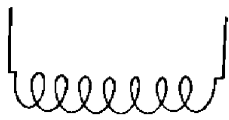
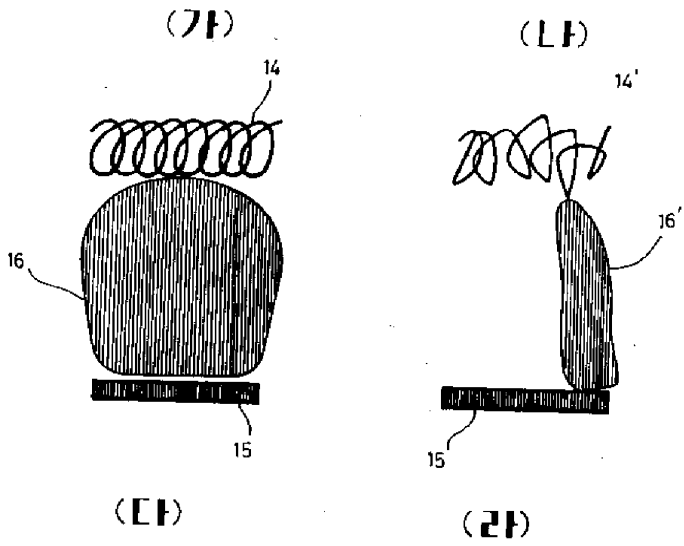
도면1



도면2



도면3



도면4

