



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2010년08월19일
(11) 등록번호 10-0976784
(24) 등록일자 2010년08월12일

(51) Int. Cl.

GOIN 21/87 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2004-7003776

(22) 출원일자(국제출원일자) 2002년09월12일

심사청구일자 2007년08월07일

(85) 번역문제출일자 2004년03월12일

(65) 공개번호 10-2004-0062540

(43) 공개일자 2004년07월07일

(86) 국제출원번호 PCT/GB2002/004146

(87) 국제공개번호 WO 2003/023382

국제공개일자 2003년03월20일

(30) 우선권주장

0122055.7 2001년09월12일 영국(GB)

0122053.2 2001년09월12일 영국(GB)

(56) 선행기술조사문헌

US05510894 A1

US05880504 A1

US05883388 A1

Journal of Applied
Physics, Vol. 76, No. 7, 4050-4053 (1994)*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

전체 청구항 수 : 총 40 항

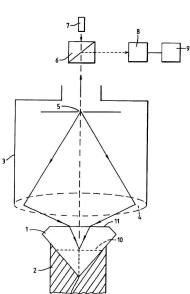
심사관 : 경천수

(54) 다이아몬드 검사

(57) 요약

본 발명에 따르면, 청-녹 색상의 다이아몬드(1)가 그 색깔을 변화시키기 위해 인공적으로 방사선 조사되거나 이온 충격을 받은 것인지를 결정하기 위해서, 루미나슨스 방출을 자극하기 위한 633nm 파장의 빛으로 조사시키고, 약 680 nm 내지 800nm에서, 초점면(9)이 상기 다이아몬드(1)에 수직으로 스캐닝되는 공초점 현미경(3) 및 분광계(8)가 사용되어, 루미나슨스가 검지된다. 깊이의 증가에 따른 루미나슨스의 빠른 감소는 천연 조사를 나타내는 반면에 보다 빠른 감소는 이온 충격을 나타낸다. 또한, 다이아몬드(1)가 천연인지 합성모조품인지를 결정하기 위하여, 루미나슨스 배출을 자극하기 위해 325nm의 파장의 방사를 조사하고, 230nm 내지 450nm의 파장의 루미나슨스가 검지된다. 깊이의 증가에 따른 루미나슨스의 갑작스런 변화는 상기 다이아몬드(1)가 천연인지 합성모조품인지를 나타내준다.

대 표 도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

루미나슨스 방사체를 자극하도록 다이아몬드를 방사선 조사하고, 상기 방사선 조사는 상기 다이아몬드의 전체 깊이를 관통할 수 있고 상기 다이아몬드의 깊이 내의 초점면에서 초점이 맞춰질 수 있는 조사수단; 상기 다이아몬드를 통해 자극 방사선의 초점면을 바로 스캔하도록 배열되는 방사선 조사 스캐닝 수단; 및 특정 순간의 초점면으로부터 루미나슨스들을 수집하여 다이아몬드 내의 서로 다른 깊이에서 발생하는 루미나슨스를 자동 검지하는 자동검지수단을 포함하는 공초점 분광계;

상기 서로 다른 초점면에서 검지되는 상기 루미나슨스들을 자동 비교하여 상기 다이아몬드를 구성하는 재료 내 변화를 검지하는 자동비교수단; 및

상기 재료내 변화를 자동 표시하기 위하여 상기 자동비교수단에 응답하는 응답수단을 포함하는 다이아몬드 내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 루미나슨스의 분광특성의 세기가 검지되고 비교되는

다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 자동검지수단은

루미나슨스가 검지되는 깊이가 고정된 증가량만큼 자동적으로 이동하도록 배열되는

다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 자동비교수단은

재료내 경계면 또는 변화를 확인하기 위하여 루미나슨스의 변화율과 깊이를 분석하기 위한 소프트웨어를 포함하는

다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 5

삭제

청구항 6

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 공초점 분광계는 상기 자극 방사선의 초점이 맞춰지는 상기 깊이에서 초점면 내에 있지 않은 루미나슨스의 검지를 실질적으로 방지하는 기술을 실행하기 위하여 배열되는

다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 검지된 루미나슨스는 모든 다이아몬드의 루미나슨스 방출 특성을 비율화함(ratioing)으로써 정규화되는 다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 10

제9항에 있어서,

상기 루미나슨스 방출의 특성(characteristic luminescence emission)은 라만(Raman)인 다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 11

제1항에 있어서,

상기 다이아몬드는 그 색상을 변화시키도록 인공적으로 조사되었는지 여부를 표시하도록 배열되고, 상기 다이아몬드가 인공적으로 조사되었는지 여부를 표시하는 표시수단을 더 포함하는 다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 12

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 다이아몬드는 그 색상을 변화시키도록 인공적으로 조사되었는지 여부를 표시하도록 배열되고, 상기 다이아몬드가 인공적으로 조사되었는지 여부를 표시하는 표시수단을 더 포함하는 다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 13

제12항에 있어서,

공초점 기술을 이용하여 실행되는
다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 14

제1항에 있어서,

상기 다이아몬드는 그의 색상을 변화시키도록 이온 입자로 충격이 가해졌는지 여부를 표시하도록 배열되고, 상기 다이아몬드가 이온 입자로 충격이 가해졌는지 여부를 표시하는 표시수단을 더 포함하는
다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 15

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 다이아몬드는 그의 색상을 변화시키도록 이온 입자로 충격이 가해졌는지 여부를 표시하도록 배열되고, 상기 다이아몬드가 이온 입자로 충격이 가해졌는지 여부를 표시하는 표시수단을 더 포함하는
다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 16

제15항에 있어서,

공초점 기술을 이용하여 실행되는
다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 17

제1항에 있어서,

상기 다이아몬드는 그의 색상을 변화시키도록 인공적으로 조사되었는지 여부를 표시하도록 배열되고, 상기 다이아몬드가 인공적으로 조사되었는지 여부를 표시하거나, 상기 다이아몬드는 그의 색상을 변화시키도록 이온 입자로 충격이 가해졌는지 여부를 표시하도록 배열되고, 상기 다이아몬드가 인공적으로 조사되었는지 여부를 표시하는 표시수단을 더 포함하고,

상기 조사수단은 GR1 광학 중심으로부터 루미나슨스를 발생시키는
다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 18

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 다이아몬드는 그의 색상을 변화시키도록 인공적으로 조사되었는지 여부를 표시하도록 배열되고, 상기 다이아몬드가 인공적으로 조사되었는지 여부를 표시하거나, 상기 다이아몬드는 그의 색상을 변화시키도록 이온 입자로 충격이 가해졌는지 여부를 표시하도록 배열되고, 상기 다이아몬드가 인공적으로 조사되었는지 여부를 표시하는 표시수단을 더 포함하고,

상기 조사수단은 GR1 광학 중심으로부터 루미나슨스를 발생시키는
다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 19

제1항 내지 제4항, 제9항 내지 제11항, 제14항 및 제17항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 자극 조사는 500nm 내지 740nm 파장의 조사인
다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 20

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 다이아몬드는 그의 색상을 변화시키도록 인공적으로 조사되었는지 여부를 표시하도록 배열되고, 상기 다이아몬드가 인공적으로 조사되었는지 여부를 표시하거나, 상기 다이아몬드는 그의 색상을 변화시키도록 이온 입자로 충격이 가해졌는지 여부를 표시하도록 배열되고, 상기 다이아몬드가 이온 입자로 충격이 가해졌는지 여부를 표시하는 표시수단을 더 포함하고,

상기 자극 조사는 500nm 내지 740nm 파장의 조사인
다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 21

제19항에 있어서,

상기 자극 조사는 633nm 파장의 조사인
다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 22

제20항에 있어서,

상기 자극 조사는 633nm 파장의 조사인

다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 23

제1항 내지 제4항, 제9항 내지 제11항, 제14항 및 제17항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 루미나슨스는 680nm 내지 800nm의 범위에서 검지되는

다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 24

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 루미나슨스는 680nm 내지 800nm의 범위에서 검지되는

다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 25

제1항에 있어서,

상기 다이아몬드가 천연/합성 모조품 인지 표시하도록 배열되는

다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 26

제25항에 있어서,

공초점 기술을 이용하여 실행되는

다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 27

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 다이아몬드가 천연/합성 모조품 인지 표시하도록 배열되는

다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 28

제1항에 있어서,

상기 조사 수단은 N3 광학중심에서 N3 제로-포논 라인을 일으키는 루미나슨스를 발생시키는

다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 29

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 조사 수단은 N3 광학중심에서 N3 제로-포논 라인을 일으키는 루미나슨스를 발생시키는

다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 30

제1항 내지 제4항, 제9항, 제10항, 제25항 및 제28항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 자극 조사는 300nm 내지 400nm 파장의 조사인

다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 31

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,
상기 자극 조사는 300nm 내지 400nm 파장의 조사인
다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 32

제30항에 있어서,
상기 자극 조사는 325nm 파장의 조사인
다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 33

제31항에 있어서,
상기 자극 조사는 325nm 파장의 조사인
다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 34

제30항에 있어서,
상기 루미나슨스는 330nm 내지 450nm의 범위에서 검지되는
다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 35

제31항에 있어서,
상기 루미나슨스는 330nm 내지 450nm의 범위에서 검지되는
다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 36

제32항에 있어서,
상기 루미나슨스는 330nm 내지 450nm의 범위에서 검지되는
다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 37

제33항에 있어서,
상기 루미나슨스는 330nm 내지 450nm의 범위에서 검지되는
다이아몬드내 재료의 변화를 자동표시하는 표시장치.

청구항 38

다이아몬드내 재료의 변화가 있는지 여부를 검지하기 위하여, 청구항1 내지 청구항4, 청구항9 내지 청구항11, 청구항14, 청구항17, 청구항25 및 청구항28 중 어느 한 항에 따른 장치의 이용을 포함하여, 상기 재료의 변화는 자동적으로 표시되는

공업용 다이아몬드를 검사하기 위한 검사방법.

청구항 39

다이아몬드내 재료의 변화가 있는지 여부를 검출하기 위하여, 청구항 제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 따른 장치의 이용을 포함하여, 상기 재료의 변화는 자동적으로 표시되는

공업용 다이아몬드를 검사하기 위한 검사방법.

청구항 40

제39항에 있어서,

공초점 기술을 이용하여 실행되는

공업용 다이아몬드를 검사하기 위한 검사방법.

청구항 41

제38항에 있어서,

상기 다이아몬드는 연마된 공업용 다이아몬드인

공업용 다이아몬드를 검사하기 위한 검사방법.

청구항 42

제39항에 있어서,

상기 다이아몬드는 연마된 공업용 다이아몬드인

공업용 다이아몬드를 검사하기 위한 검사방법.

청구항 43

제40항에 있어서,

상기 다이아몬드는 연마된 공업용 다이아몬드인

공업용 다이아몬드를 검사하기 위한 검사방법.

명세서

기술분야

[0001]

본 발명은 다이아몬드를 검사하는 장치에 관한 것으로서, 특히 다이아몬드가 그 색상을 바꾸기 위해 인공적으로 방사선 조사되거나 이온충격을 받은 것인지 또는 다이아몬드가 천연/합성의 모조품(doublet) 인지를 검사하기 위한 장치에 관한 것이다.

배경기술

[0002]

천연의 녹색 다이아몬드는 방사성 동위원소가 땅속에 있는 상기 다이아몬드에 인접해 있는 때에, 알파 입자를 만들어내고 자연적으로 발생하는 방사성 동위원소에 의한 방사선으로 인해 그 색깔을 갖는다. 알파 입자들은 상기 다이아몬드 표면 아래의 약 $30\mu\text{m}$ 깊이까지만 침투하여 상기 다이아몬드 격자에 대체로 격자 공극(lattice vacancy) 형태의 방사선 손상을 발생시킨다. 상기 공극들로 인해 가시광선 스펙트럼 중 적색단(red end)에서 전동을 흡수하는 특성(characteristic vibrionic absorption system)이 나타나며, 청-녹의 착색을 일으킨다.

[0003]

그런데, 인공적인 방사선 또는 이온충격(이온 주입)은 다이아몬드에 청-녹의 색상을 만들어내기 위해 이용될 수 있다. 이런 처리는 보통 연마된 다이아몬드에 적용된다. 그러나 상기 처리는 비연마된 다이아몬드(rough diamond)에도 적용될 수 있다. 인공적인 방사선 조사는 보통 고에너지 전자를 이용하여 수행되며 다이아몬드 내의 수 밀리미터 깊이로 알파 입자 방사선의 침투 깊이에 비해 상당히 더 큰 침투 깊이를 가지거나, 빠른 중성자를 이용하여 수행되며 다이아몬드 내의 수 센티미터 깊이로 알파 입자 방사선의 침투 깊이에 비해 매우 더 큰 침투 깊이를 갖는다. 고에너지 이온충격(ion bombardment)은 전형적으로 자연적인 알파 입자 방사선의 침투 깊이에 비해, 상당히 작은 다이아몬드 내의 약 $1\mu\text{m}$ 의 침투 깊이를 갖는다. 지금까지는, 원석 또는 연마된 청-녹 다이아몬드가 천연적으로 방사선 조사되었는지, 인공적으로 방사선 조사되었는지 확인하기 위해서 그 다이아몬

드를 파괴적으로 절단(destructive cross-section)하여 표면 아래로 색상의 침투 깊이를 관찰하여야 했다.

[0004] 천연적으로 방사선 조사된 다이아몬드 원석은 인공적인 방사선 조사 또는 이온충격에 의해서 그 색상을 갖는 다이아몬드에 비해 더 높은 가격을 부를 수 있기 때문에 소비자의 신뢰를 위해서는 적절한 검사 방법이 요구된다.

[0005] 천연/합성 모조품은 합성 다이아몬드를 천연 다이아몬드에 증착함으로써, 일반적으로 연마되거나 또는 부분 공정을 거친 상태로, 왕관 또는 상기 모조품의 누각을 형성하기 위해 만들어진다. 다이아몬드가 모조품인지를 검지하기 위한 기술 - 예로서 WO 94/20837, WO 95/20152, WO 96/07895, WO 96/07896, WO 97/04302 및 WO 97/04303 이 있다. 이러한 기술들은 자동화될 수 없고, 또는 값비싼 구성요소들을 필요로하기 때문에 만족스럽지 못하다.

발명의 상세한 설명

[0006] 이러한 선행 기술의 문제점 중 적어도 하나를 극복하거나 개선하는 것, 또는 유용한 대안을 제공하는 것이 본 발명의 목적이다.

[0007] 자동적인 검사 수행과, 비교정된 다이아몬드 또는 장신구에 고정된 다이아몬드에 사용될 수 있는 기술을 제공하는 것이 일반적으로 기대될 수 있다.

[0008] 가장 넓은 면에 있어서, 본 발명은 청구항 1 또는 22에 제시된 바와 같은 장치 및 청구항 23 또는 24에 제시된 바와 같은 방법을 제공한다. 나머지 청구항들은 본 발명의 바람직한 또는 선택적인 특징을 제시한다.

[0009] 일반적인 용어로, 다이아몬드를 구성하는 재료의 어떤 변화는 검지될 수 있다. 그런데, 그 방법은 다이아몬드가 그 색상을 바꾸기 위해서 인공적으로 방사선 조사되거나 이온충격을 받은 것인지를 검지하거나, 다이아몬드가 천연/합성 모조품인지를 검지하기 위해 주로 이용된다. 서로 다른 파장의 방사선을 조사하는 두가지의 다른 방사선 조사 수단을 결합하는 두가지 목적의 장치를 가지는 것이 가능하다. 두 가지 다른 목적의 루미나نس스(luminescence) 검지 수단은 매우 유사할 것이지만, 그 비교 수단은 다를 것이다.

[0010] 루미나نس스의 어떤 특성이라도 비교될 수 있으나, 상기 루미나نس스의 스펙트럼 특징의 강도가 비교되는 것이 바람직하다. 검지된 상기 루미나نس스는 그것을 모든 다이아몬드의 루미나نس스 방출 특성, 바람직하게는 라만(Raman)에 대비함으로써, 정규화될 수 있다. 이러한 정규화 과정은 수집 효율 또는 보석 사이즈의 변화에 대응하여 결과가 수정되는 것을 허용한다.

[0011] 다이아몬드가 그 색상을 변화시키기 위해 인공적으로 고에너지 전자 또는 고속 중성자 방사선 조사를 받은 경우, 깊이에 대하여 검지된 루미나نس스의 감소는 자연적으로 방사선 조사된 다이아몬드의 경우의 깊이에 대한 감소보다 덜 가파르다. 이는 이하에서 첨부된 두면 중 도4a, 4b, 및 5와 관련하여 보다 상세하게 논의된다.

[0012] 고에너지 이온충격이 이용되는 경우, 깊이에 대하여 검지되는 루미나نس스의 감소는 자연적으로 방사선 조사된 다이아몬드의 경우보다 더 가파르다. 실제로, 같은 방사선 파장과 비교 수단은 인공적인 방사선 조사(스케일의 일단에서의 효과)와 이온충격(상기 스케일의 타단에서의 효과) 모두를 검지하기 위해 사용될 수 있고, 그럼으로써 상기 다이아몬드가 인공적으로 방사선 조사되었는지 또는 상기 다이아몬드가 이온충격을 거쳤는지 여부를 스크린에 표시할 수 있다. 수 밀리미터의 침투 깊이를 갖는 고에너지 전자와 수 센티미터의 침투 깊이를 갖는 고속 중성자를 이용한 처리 사이의 차이는 검지될 수 있으나, 2mm 내지 3mm 깊이 이상의 다이아몬드에 대해서만 가능하다.

[0013] 상기 방사선 조사 또는 이온충격 검지는 주로 비연마 다이아몬드(rough diamond)에 맞춰진 것임에도 불구하고, 본 발명에 의한 방법은 인공적으로 방사선 조사되거나 이온 충격을 거친 연마된 다이아몬드에도 사용될 수 있다. 천연적으로 방사선 조사된 보석이 연마된 때에는, 보석의 모양이 변화되고 방사선 조사된 물질의 깊이도 더이상 균일하지 않다. 인공적으로 방사선 조사되거나 이온충격을 거친 연마된 다이아몬드가 이어서 연마되는 경우에, 깊이에 대한 루미나نس스 강도의 변화가 다이아몬드 상의 여러 점에서 측정되면, 상기 방사선 조사가 인공적인 것임을 명확하게 표시하며, 연마된 표면에 대해서 균일하다는 것이 발견될 것이다.

[0014] 인공적인 방사선 조사 또는 이온 충격(ion bombardment)을 감지하기 위해서, 상기 N3 제로-포논 라인(N3 zero-phonon line)은 그 라인에서 규칙적인(systematic) 변화가 없기 때문에 이용될 수 없다. 그러나, GR1 광학 중심으로부터 루미나نس스를 일으킬 수 있는 어떤 파장을 갖는 자극방사선(stimulating radiation)이 이용될 수 있다. 상기 GR1(General Radiation 1)시스템은 다이아몬드 내의 공간 중심(vacancy centre)에서 전자적 변화로 인하여 741nm에서 주된 샤프라인(principle sharp line)을 갖는 다이아몬드의 특성을 갖는 분광기이다. 이런 흡

수 아날로그식 시스템은 청색에서 녹색의 배색을 발생시킨다. 상기 GR1 광학 중심이 파장 범위 500nm 내지 740nm에서 빛으로 실온에서 여기되면, 이것은 741nm에서 강한 라인으로 루미나슨스를 일으킨다. 이와 같이 상기 자극 방사선이 약 500nm 내지 740nm 파장, 예를 들면 633nm 파장의 방사선이 바람직하고, 약 740nm 내지 745nm의 파장에서 루미나슨스가 감지된다.

- [0015] 상기 다이아몬드가 모조품일 경우, 천연 다이아몬드와 합성 다이아몬드 간의 깊이변화가 검지되면, 루미나슨스가 변화되고, 그 역도 발생한다.
- [0016] 모조품을 검지하기 위하여, 상기 GR1 광학 중심은 이용될 수 없지만, 상기 N3 제로-포논 라인의 변화는 검지될 수 있다. 상기 자극 방사선은 약 300nm 내지 400nm의 파장, 예를 들면 약 325nm의 파장으로 조사되는 것이 바람직하고, 약 330nm 내지 450nm의 파장에서 루미나슨스가 검지된다. 그러나, 자극 방사선의 흡수 차이로 인하여, 깊이에 대한 라만(Raman) 신호 감소율의 변화는 상기 다이아몬드가 구성하는 재료 내의 변화를 표시하도록 이용될 수 있다.
- [0017] 상기 전체 공정은 자동화된다. 상기 기술을 이용하면 무게가 약 10포인트(0.1캐럿)보다 훨씬 작은 다이아몬드의 인공적인 방사선 조사 또는 이온 충격을 감지할 수 있지만, 이들은 최소한 1mm의 깊이를 가지는 것이 바람직하다. 본 발명은 무게가 약 10포인트(0.1캐럿), 가능하게는 더 작은 무게의 다이아몬드에서 모조품 검지를 위해 사용될 수 있다.
- [0018] 상기 다이아몬드의 전체 깊이를 관통할 수 있는 자극 방사선이 상기 다이아몬드의 깊이 내로 집중된다면, 예를 들면 실질적으로 초점면(focal plane) 내에 있지 않은 루미나슨스의 검지를 실질적으로 방지함으로써, 다른 깊이로부터 루미나슨스가 검지될 수 있다. 적절한 기술로서 공초점 분광계(confocal spectrometer)를 사용하는 공초점 기술이 있다. 현미경의 후초점면에 위치된 공초점 조리개(confocal aperture)는, 대물렌즈의 초점으로부터 단지 루미나슨스가 분광계 감지기에 도달되도록 보증한다. 공초점 조리개를 통해, 상기 샘플의 다른 부분들로부터 루미나슨스는 통과하지 못하고, 감지되지도 않는다. 선택된 영역의 면적은 상기 공초점 조리개 직경과 상기 현미경 대물렌즈의 배율에 의존한다. 상기 루미나슨스는 상기 공초점 조리개 직경과 대물렌즈 배율에 의해 결정된 선택영역 및 조리개 수치(numerical aperture)에 의해 결정된 대물렌즈의 초점깊이로 효과적으로 이루어진 볼륨(volume)으로부터 수집된다.
- [0019] 상기 방법은 통상 실온에서 수행됨에도 불구하고, 옥스포드 인스트루먼트(Oxford Instrument)의 마이크로스탯 엔(Microstat N) 같이 보다 낮은 온도에서 저온유지장치(cryostat)를 채용하여 적용될 수도 있다.

실시예

- [0033] 이하, 본 발명은 다음의 실시예에 따른 참조도면을 참조하여 보다 더 상세히 설명한다.
- 도1
- [0035] 도1은 편의상 연마된 다이아몬드(1)를 나타낸다. 그러나, 상기 다이아몬드(1)는 가공되지 않은 다이아몬드이나, 반쯤 가공된 다이아몬드이다 - 가공되지 않은 다이아몬드는 "블루-택"(Blu-Tak) 같은 쉽게 변형되는 재료에 의해 지지된다. 가공되지 않은 다이아몬드 또는 반쯤 가공된 다이아몬드의 표면 조직에 대한 실제적인(practical) 한계, 및 결과로써 생기는 조사 스캐터링(scattering)이 있을 수 있지만, 그렇지 않다면 상기 기술은 가공되지 않은 다이아몬드 또는 반쯤 가공된 다이아몬드 및 완성된 다이아몬드에 동일하게 적용할 수 있다. 상기 표면의 정확한 위치는 물리적으로 결정되지 않지만, 검지된 루미나슨스의 변화에 의해 결정된다. 상기 다이아몬드(1)는 공초점 현미경(3) 아래 마운트 또는 스테이지(2) 상에 위치되고, 상기 스테이지(2)는 광학 축에 수직이다.
- [0036] 도시된 스테이지(2)는 연마된 다이아몬드(1)의 큐랫(culet)을 수용하도록 설계되었지만, 반지와 같은 보석류의 규격품을 수용하도록 설계될 수 있다; 또한, 보석류 부품은 전술한 바와 같이, 변형되기 쉬운 재료로 수용될 수 있다. 상기 다이아몬드(1)의 테이블은 노출될 수 있고, 광축에 수직한 것이 정상적이다. 도시하지는 않았지만, 스테이지(2)는 스템 모터에 의해 상하로 이동할 수 있는 테이블에 의해 운반된다. 현미경(3)은 대물렌즈(4) 및 공초점 조리개(confocal aperture)(5)를 구비한다. 상기 현미경(3) 상부에는 빔 스플리터(beam splitter)(6), 다이아몬드(1)를 방사시키기 위한 레이저장치(7), 분광계(8) 및 프로세서(9)가 구비된다. 모든 부품들은 매우 개략적으로 도시되었다.

[0037] 상기 공초점 조리개(5)는 초점영역 외측으로부터 분광계(8)로 들어오는 빛을 차단한다. 순간적인 초점면(focal plane)이 도면부호(10)와 같이 형성되고, 상기 초점면(10)이 최고점(여기서 테이블(11))에서 최저점(여기서 큐랫(12)) 사이의 다이아몬드를 통해 적당히 스캔될 수 있도록, 배열이 이루어진다. 스캐닝은 스테이지(2)를 수직으로 정해진 간격, 즉, $10\mu\text{m}$ 또는 $100\mu\text{m}$ 의 간격으로 움직임으로써 가장 편리하게 수행된다. 상기 레이저 빔은 다이아몬드(1)에 투입됨으로써, 예를 들면, 633nm 의 파장으로 투사되는 거리가 다이아몬드(1) 그 자체로 투사되는 거리보다 약 2.41배 더 크거나(2.41 은 633nm 에서 다이아몬드의 굴절율이다), 또는 325nm 파장보다 약 2.51배 더 크게 된다(2.51 은 325nm 에서 다이아몬드의 굴절율이다).

[0038] 도2

[0039] 도2의 블록다이아그램은 현미경(13)과 결합되고 루미나슨스(luminescence)(분광계(8)에 의한 영향)를 감지하기 위한 CCD 감지기(14)를 구비하는 공초점 분광계와 같은 아이템(3 내지 8)을 도시한 것이다. 프로세서(9)는 감지된 결과를 디스플레이하기 위한 모니터(15)와 함께 도시되었다. 상기 스테이지(2)는 다이아몬드 샘플(즉 5×5)의 매트릭스(2a)를 운반하는 xyz스테이지로 나타내어지며, x, y 방향 이동(즉 수평면방향)은 샘플 매트릭스(2a)의 다이아몬드가 현미경(13) 하에 위치될 수 있게 한다. z방향 이동은 전술한 수직이동을 의미한다.

[0040] 도3

[0041] 도3의 순서도는 전체적으로 자명하며, 상세히 설명하지는 않는다. "데이터 처리" 스테이지는 인터페이스(interface)를 확인하기 위한 깊이에서 루미나슨스의 변화율 및 재료의 변화를 분석하는 단계를 포함한다.

[0042] 인공 방사 및 이온 충격 감지의 예

[0043] 적절한 장치에서, 레이저장치(7)는 633nm 에서 10mW 내지 20mW 의 출력을 갖는 He-Ne 레이저장치이다. 상기 레이저장치(7)는 J Y Horiba에서 제조된 LabRam Infinity Confocal Spectrometer와 같이, 공초점 현미경(3) 및 분광계(8)가 함께 제공될 수 있다. 약 680nm 내지 약 800nm 로 부터 루미나슨스가 감지되면, 다이아몬드에서 이러한 시스템은 100배율의 대물렌즈(4) 및 $50\mu\text{m}$ 의 공초점 조리개(5)를 사용하여 0 내지 $500\mu\text{m}$ 의 깊이를 검사할 수 있게 한다. 0 내지 10mm 의 깊이는 20배율의 대물렌즈(4) 및 $200\mu\text{m}$ 의 공초점 조리개(5)를 사용하여 검사될 수 있다.

[0044] 상기 장치를 사용하는 경우, 상기 도3의 "데이터 처리"는 다음과 같은 단계를 따른다.

[0045] 샘플 표면 아래 깊이에 대한 GR1 제로-포논-라인(zero-phonon-line)의 정규화 적분된 강도의 라만 프로파일이 분석된다.

[0046] 전술한 파라미터의 현저한 감소가 10마이크론 이하의 깊이에서 관찰되면, 다이아몬드는 잠재적인 '이온 충격이 가해진 것'으로 정의된다.

[0047] 전술한 파라미터의 현저한 감소가 500 내지 2000 마이크론의 깊이에서 관찰되면, 다이아몬드는 잠재적인 '전자 조사된 것'으로 정의된다.

[0048] 전술한 물성지에 현저한 감소가 2000 마이크론 이상의 깊이에서 관찰되지 않으면, 다이아몬드는 잠재적인 '중성자 조사된 것'으로 정의된다.

[0049] 전술한 파라미터의 현저한 변화가 15 내지 35 마이크론에서 관찰되면, 다이아몬드는 '천연 조사된 것'으로 정의된다.

[0050] 현저한 감소가 발생하는 깊이는 수학적인 알고리즘을 이용하여 신호를 미분하고 최소값이 존재하는 곳을 결정함으로써 결정될 수 있다. 프로파일의 형태는 저장된 프로파일 참고 파일을 참조하여, 예상되는 형태와 비교될 수 있다.

[0051] 도4a, 도4b 및 도5

[0052] 도4a는 100배율의 대물렌즈(4) 및 $50\mu\text{m}$ 의 공초점 조리개(5)를 구비한 공초점 분광계를 사용하여 기록된 포토루미나슨스/라만 스펙트럼을 나타낸다. 도4a에서 선들은 표면 아래 깊이에 관한 것이며, 0라인은 표면에서 기록된

것이다. 다이아몬드의 라만 라인은 약 691nm이며, 날카로운 강도 피크(sharpen intensive peak)를 보인다. 도4b에서의 정규화는 적분된 다이아몬드 라만 라인에 대한 적분된 GR1 루미나슨스 강도의 비에 의해 얻어진다. 라만 신호가 초기치의 10퍼센트 미만으로 떨어지면, 검사의 초점이 다이아몬드 내에서 있다고 가정할 수 있다. 적절한 회절격자를 선택하고, CCD 감지기 및 분광계 회절격자의 중심 파장 위치(분광계(8)에서)를 선택함으로써, GR1 및 라만 신호가 동일 스펙트럼 내에서 얻어질 수 있다. LabRam Infinity Confocal Spectrometer에 제공된 것과 같은 소프트웨어 깊이 프로파일의 실시간 디스플레이를 제공하도록 형성된다. 상기 프로세서(9)는 다이아몬드가 천연적으로 또는 인공적으로 조사되었는지를 자동으로 나타내는데 적절한 소프트웨어를 구비한다.

[0053] 다이아몬드(1)의 테이블의 표면 중심이 먼저 레이저 빔의 초점에 위치되고, 다이아몬드(1)가 레이저가 집중되는 대물렌즈(4)를 향해 상하로 이동하여, 스펙트럼들이 10 μm 의 간격으로 기록된다. 이러한 과정은, 상기 레이저의 초점이 테이블을 통해 다이아몬드(1)로 스캔되는 것과 같이, 스펙트럼을 수집하는 것과 동일한 과정이다.

[0054] 도4b를 통해 알수 있듯이, 천연의 알파입자 방사선 조사 다이아몬드에서는 GR1 루미나슨스가 실질적으로 표면에서 30 μm 내로 한정되는 반면에, 인공적으로 전자 조사된 다이아몬드에서는, 상기 GR1 루미나슨스가 실질적으로 표면아래로 1mm 이상을 넘어서서 집중된다(도5와 같이)(도4b 및 도5의 스케일 차이를 통해 알 수 있다.).

[0055] 도6

[0056] 도6은 이온 충격을 가한 다이아몬드의 정규화 적분된 강도 커브(normalised integrated intensity curve)를 도시하였으며, 매우 낮은 임플란테이션(implantation)의 깊이 및 매우 다른 단위(scale)로 도4b 및 도5와는 다른 프로파일을 보인다.

[0057] 중성자 충격을 가한 다이아몬드에 대한 GR1 루미나슨스의 정규화 적분 강도 그래프는 수평선이 도4b 및 도5의 스펙트럼(spectra)과는 다를 것이다.

[0058] 모조품 검지의 예

[0059] 적절한 장치에 있어서, 상기 레이저장치(7)는 325nm에서 10~100mW의 출력을 갖는 He-Cd 레이저장치이다. 상기 레이저장치(7)는, JY Horiba에서 제조된 LabRam Infinity Confocal Spectrometer와 같은 분광계(8)와 공초점 현미경(3)과 함께 제공될 수 있다. 330nm 내지 450nm의 루미나슨스가 검지되었다. 다이아몬드에 있어서, 이러한 시스템은 x100 대물렌즈와 50 μm 의 공초점 조리개(5)를 사용하여 0부터 500 μm 깊이까지 조사가 가능하다. 0부터 10mm까지의 깊이는 20배율 대물렌즈와 200 μm 공초점 조리개(5)를 사용하면 조사될 수 있다.

[0060] 적절한 회절, CCD 검지기와 (분광계(8)에 있어서) 분광계 회절의 중앙 파장(central wavelength)위치, 선택에 의해서 N3와 라만(Raman) 신호는 같은 스펙트럼(spectrum)안에서 감지될 수 있다. LabRam Infinity Confocal Spectrometer와 같은 소프트웨어는 깊이 도표의 실시간 전시(display)를 제공하도록 형성된다.

[0061] 상기 프로세서(processor)(9), 상기 다이아몬드가 모조품인지를 자동적으로 지적하는 적절한 소프트웨어를 가진다. 도3의 "데이터 처리"의 단계에 있어서, 상기 소프트웨어는 다이아몬드 라만 선(diamond raman line)의 적분된 강도에 대한 N3 제로-포논-라인(zero-phonon line)의 적분된 강도를 정규화한다. N3 제로-포논-라인 표본 표면 이하의 깊이를 정규화한 상기 라만의 도표가 분석된다. 만일 상기 파라미터(parameter)의 명백한 증가 또는 감소가 관찰될 경우, 상기 다이아몬드는 모조품으로 간주될 수 있다. 상기 도표가 넓게 평행할 경우(또한, 논-제로(non-zero)일 경우), 상기 다이아몬드는 비-모조품(non-doublet)으로 통과된다. 상기한 바와 같이, 상기 라만 신호가 그의 초기값의 10퍼센트이하로 떨어질 경우, 상기 조사기의 초점이 더이상 상기 다이아몬드내에 있지 않은것으로 추정된다.

[0062] 도7

[0063] 도7는 실온(room temperature)에서 325nm He-Cd 레이저 여기(excitation)로 공초점이 맞춰지는 Ia형 자연산 다이아몬드의 전형적인 광루미나슨스(phtoluminescence)/라만(Raman) 스펙트럼이다. 상기 스펙트럼은 장파장(longer-wavelength)에서, 관련된 전자 진동 구조를 동반한 N3 제로-포논-라인을 포함한다. 모든 자연산 다이아몬드의 95퍼센트 이상이 N3 제로-포논-라인을 가지고 있으며; 그렇지 않은 다이아몬드들은 이전에 색출된다. 상기 스펙트럼은 대략 339 nm에서, 뾰족한 라만 강도 라인으로 보여진 것처럼, 라만 선 또한 포함한다.

[0064] 도8

[0065] 도8은 CVD 합성(synthetic) 다이아몬드의 유사한 스펙트럼이다. 상기 스펙트럼은 415nm에서 N3 제로-포논-라인 또는 동반되는 전자 진동 구조를 가지고 있지 않는다.

[0066] 도9a 및 도9b

[0067] 도9a 및 도9b는 오직 실험을 목적으로 제작된 제1모조품의 정규화된 N3 루미나슨스의 측정된 공초점 깊이 도표를 도시하였다. 상기 제1모조품은 라운드 브릴리언트형(round brilliant)이며, 부분적으로 자연산 Ia형 다이아몬드부와 CVD 합성 다이아몬드부로 구성된다. 상기 제1모조품은 CVD 합성 다이아몬드 크라운(crown)을 가지며, 상기 CVD 합성 다이아몬드부와 자연산 다이아몬드부의 경계면은 평판(table)아래 0.86nm로 알려져 있으며, 상기 다이아몬드의 전체 깊이는 3.19mm이다.

[0068] 상기 모조품(1)의 평판의 표면의 중심은 상기 레이저 광선(beam)의 촛점에 먼저 위치되었으며, 스펙트럼은 상기 모조품(1)이 상기 레이저의 초점을 맞추는 대물렌즈(4)를 향해 상방향 이동함에 따라 100 μm 의 간격을 기록했다. 상기 프로세스는 상기 레이저의 초점이 상기 다이아몬드 평판을 통해 상기 모조품(1)으로 스캔(scan)됨에 따라 모여지는 스펙트럼과 동일하다.

[0069] 상기된 바와 같이, 상기 다이아몬드 안에서 상기 레이저가 이동한 거리는 상기 다이아몬드 자체가 이동한 거리보다 대략 2.51배 더 크다. 도9a에 있어서, 수평축은 상기 다이아몬드가 상기 평판이 상기 레이저의 촛점에 있던 위치로부터 이동한 거리이다. 도9b에 있어서, 상기 수평축은 상기 거리에 2.51를 곱한다. 이는 상기 다이아몬드 평판 아래의 상기 레이저 광선의 촛점의 깊이에 대략 상응한다.

[0070] 도9a와 도9b의 그래프상의 변화는 조사된 깊이의 상대적으로 취약한 해상도(resolution)와 측정간의 간격으로 인한 예상 밖의 결과가 아니다. 반면, 상기 경계의 정확한 깊이는, 단지 상기 경계의 유무만 관심일 뿐, 관심이 되지 않는다.

[0071] 도10a 및 도10b

[0072] 도10a 및 도10b는 도9a 및 도9b에 상당히 유사하지만, 실험을 목적으로 제조된 제2모조품의 스펙트럼을 도시하였다. 상기 제2모조품은 라운드 브릴리언트형이며, 부분적으로 자연산 Ia형 다이아몬드부와 CVD 다이아몬드부로 이루어진다. 상기 다이아몬드는 자연단 Ia형 다이아몬드 크라운을 가지며, 상기 자연산 다이아몬드와 CVD합성 다이아몬드부의 경계는 평판 아래 0.75mm이며, 상기 다이아몬드의 전체 깊이는 1.64mm이다.

[0073] 상기 제2모조품은 도9a 및 도9b의 제1모조품과 같이 위치되었다.

[0074] 문맥이 명확히 요구하지 않는 이상, 발명의 상세한 설명과 청구항을 통틀어, "구성되다(comprise)", "구성되는 (comprising)" 등과 같은 단어는 "포함하지만 한정되지 않는(including, but not limited to)"의 의미로서, 포괄적으로는 "한정된(exclusive)"이나 "철저한(exhaustive)" 의미의 반대로 파악된다.

도면의 간단한 설명

[0020] 도1은 본 발명 및 방법에 따라 시험되는 연마된 다이아몬드를 나타내는 장치의 개략적인 단면도.

[0021] 도2는 도1의 장치의 블록다이어그램.

[0022] 도3은 도1의 장치의 소프트웨어를 설명한 순서도.

[0023] 도4a는 가공되지 않은 천연의 알파입자 방사선 조사된 다이아몬드의 표면 및 표면 아래 10 μm 의 깊이에서의 루미나슨스 스펙트럼을 도시한 그래프.

[0024] 도4b는 도4a에 대응되는, GR1 루미나슨스의 정규화 적분된(integrated) 강도를 나타낸 그래프.

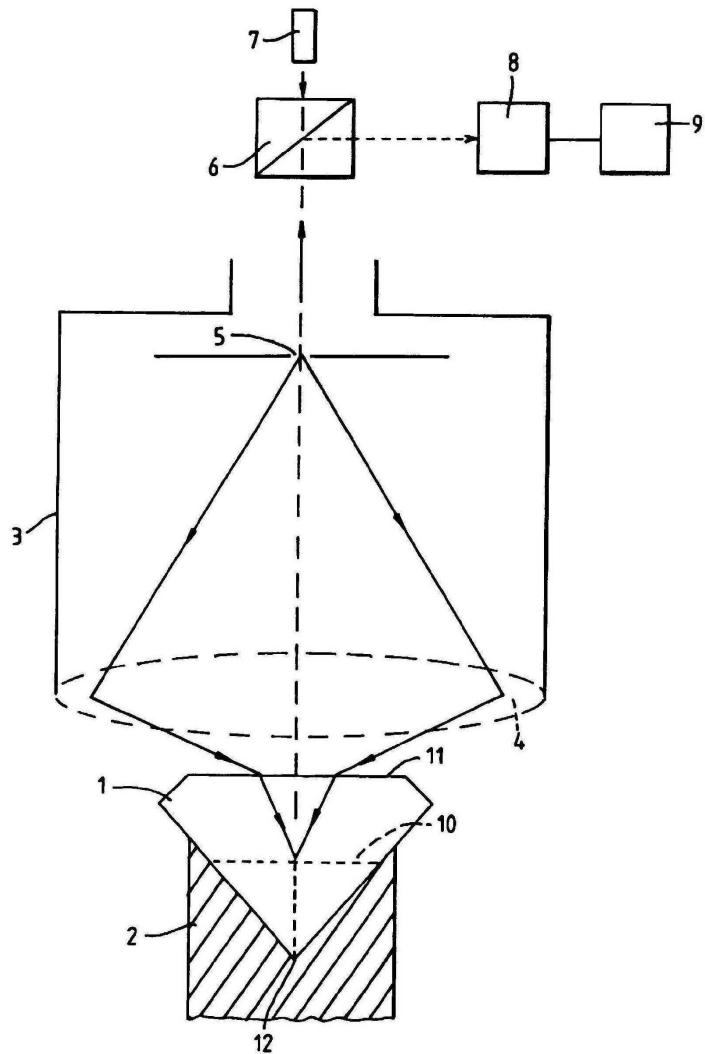
[0025] 도5는 도4b에 대응되는, 상기 다이아몬드가 인공적으로 전자 조사된 다이아몬드인 경우의 그래프.

[0026] 도6은 도4b 및 도5에 대응되는, 상기 다이아몬드가 인공적으로 이온 이식된(iion-implanted) 다이아몬드인 경우의 그래프.

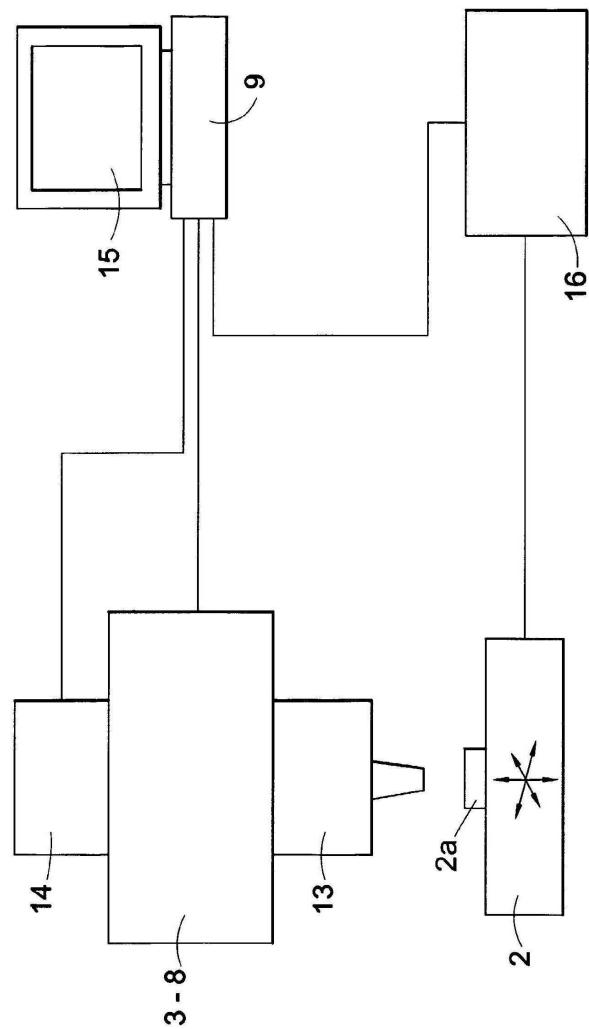
- [0027] 도7은 전형적인 형태 Ia 천연 다이아몬드의 광루미나슨스/라만 스펙트럼을 나타낸 그래프.
- [0028] 도8은 도7에 대응되는, 상기 다이아몬드가 CVD(화학적 증착)다이아몬드인 경우의 그래프.
- [0029] 도9a는 제1모조품에 대한 다이아몬드에 의해 이동된 거리에 따른 정규화 적분된 N3 루미나슨스 강도의 깊이 프로파일을 도시한 그래프.
- [0030] 도9b는 도9a에 대응되는, 상기 깊이는 상기 다이아몬드 모조품 내의 초점면에 의해 이동된 거리를 나타낸 그래프.
- [0031] 도10a는 제2모조품에 대한 다이아몬드에 의해 이동된 거리에 따른 정규화 적분된 N3 루미나슨스 강도의 깊이 프로파일을 도시한 그래프.
- [0032] 도10b는 도10a에 대응되는, 상기 깊이는 상기 다이아몬드 모조품 내의 초점면에 의해 이동된 거리를 나타낸 그래프.

도면

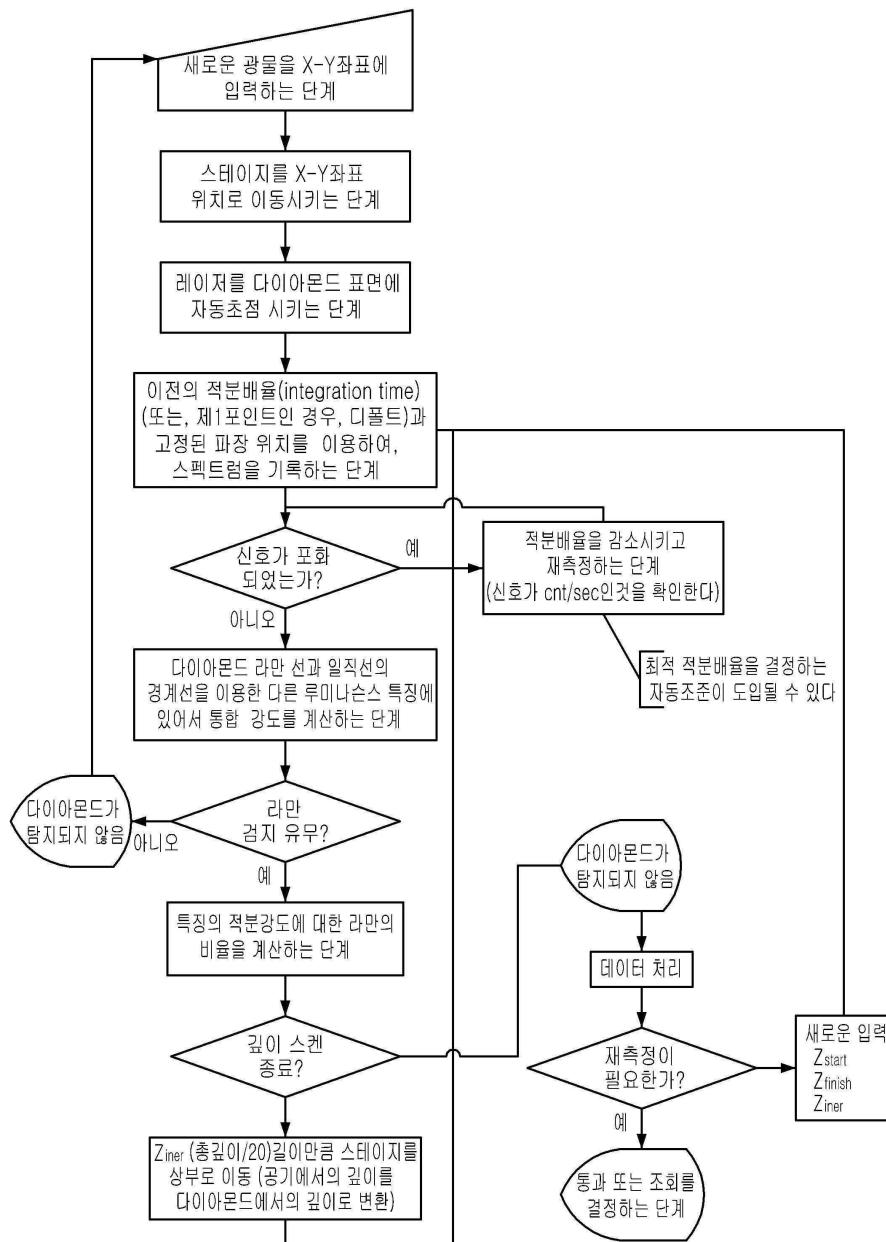
도면1



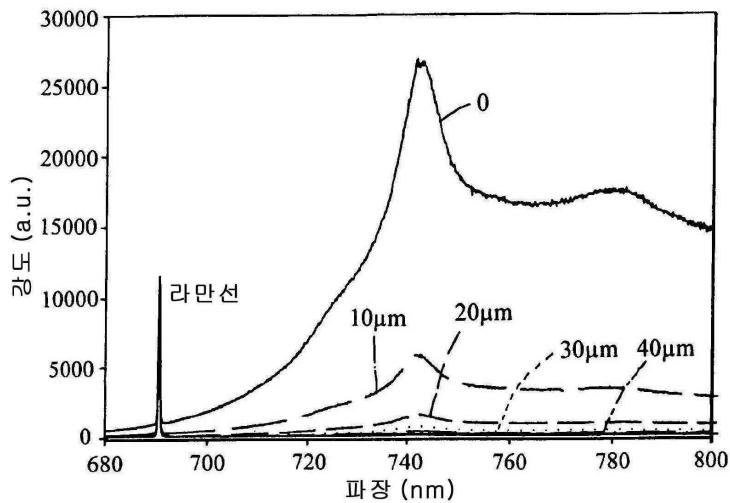
도면2



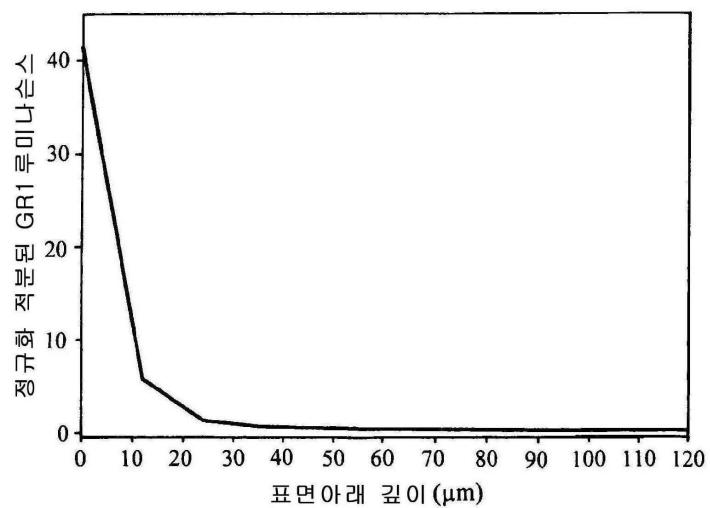
도면3



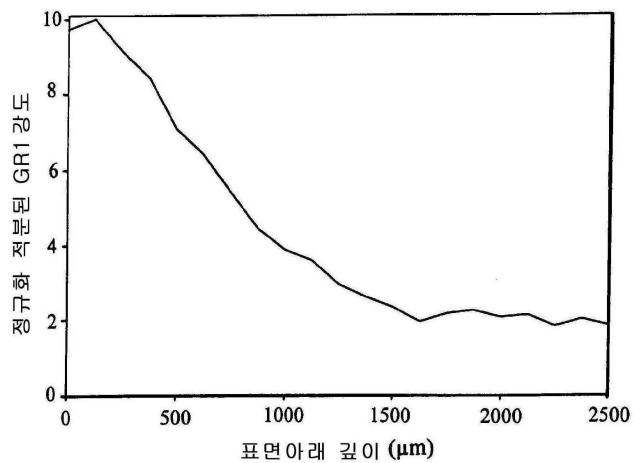
도면4a



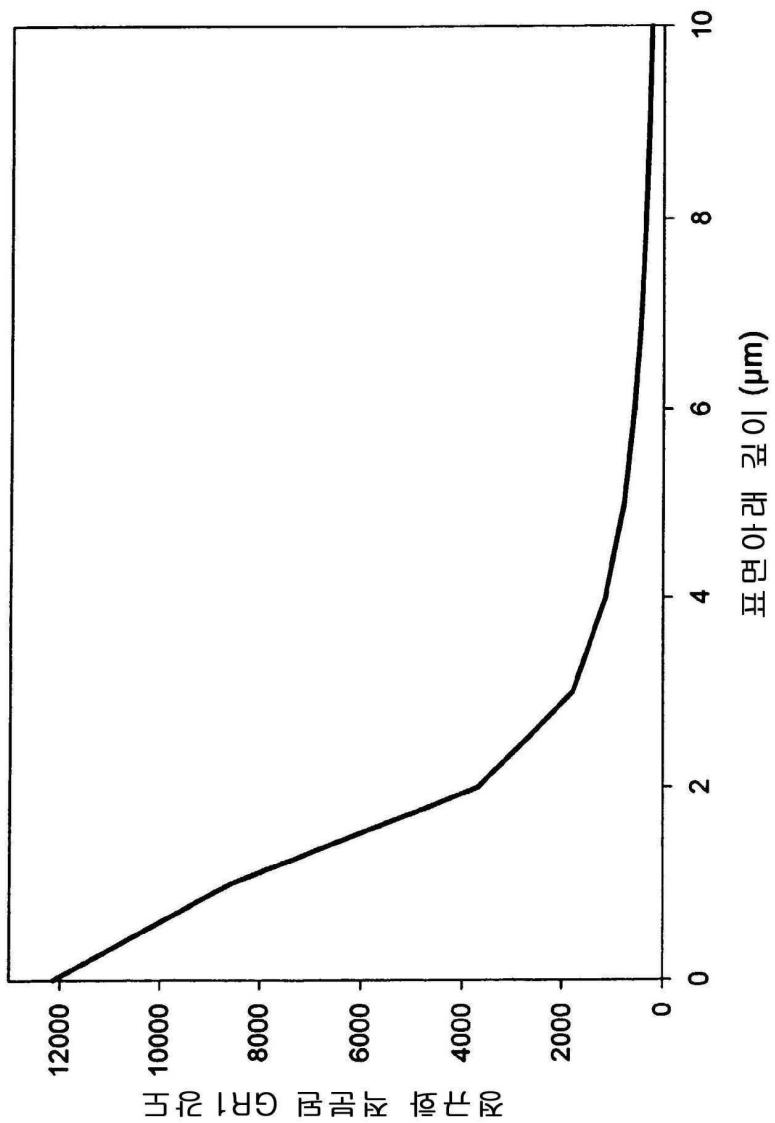
도면4b



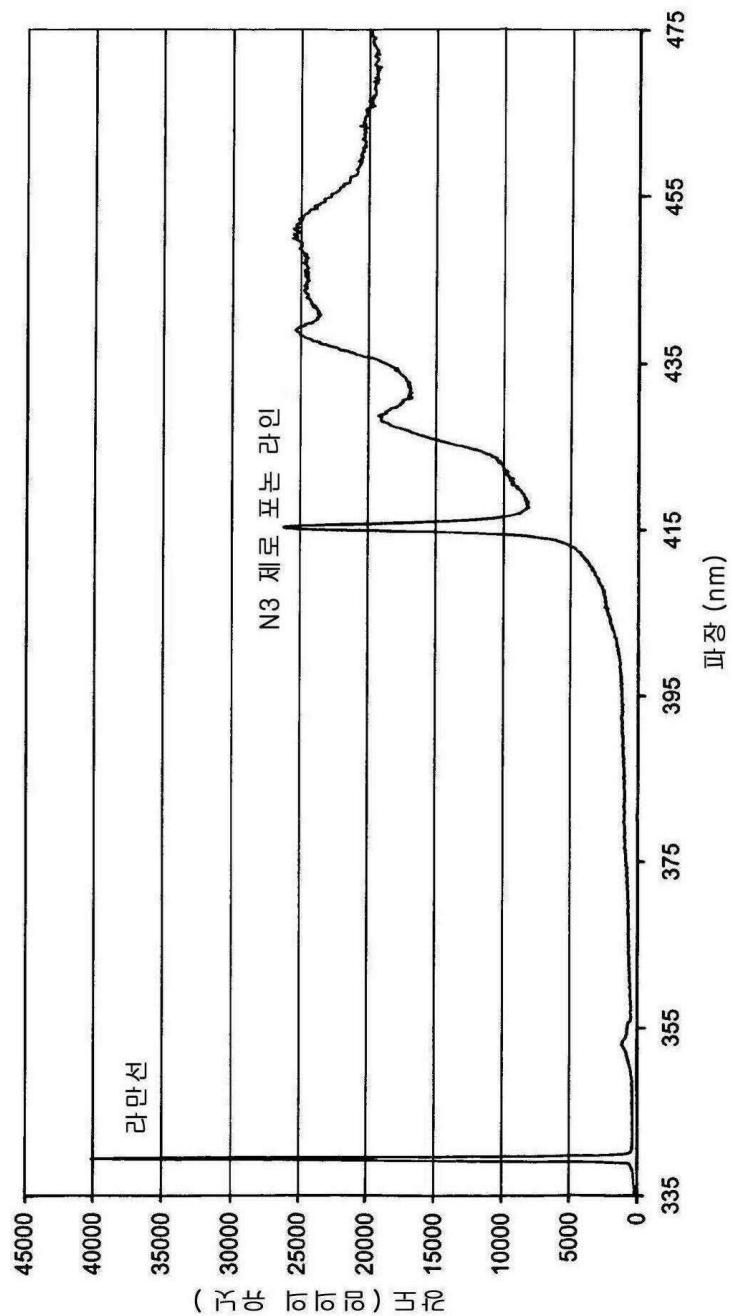
도면5



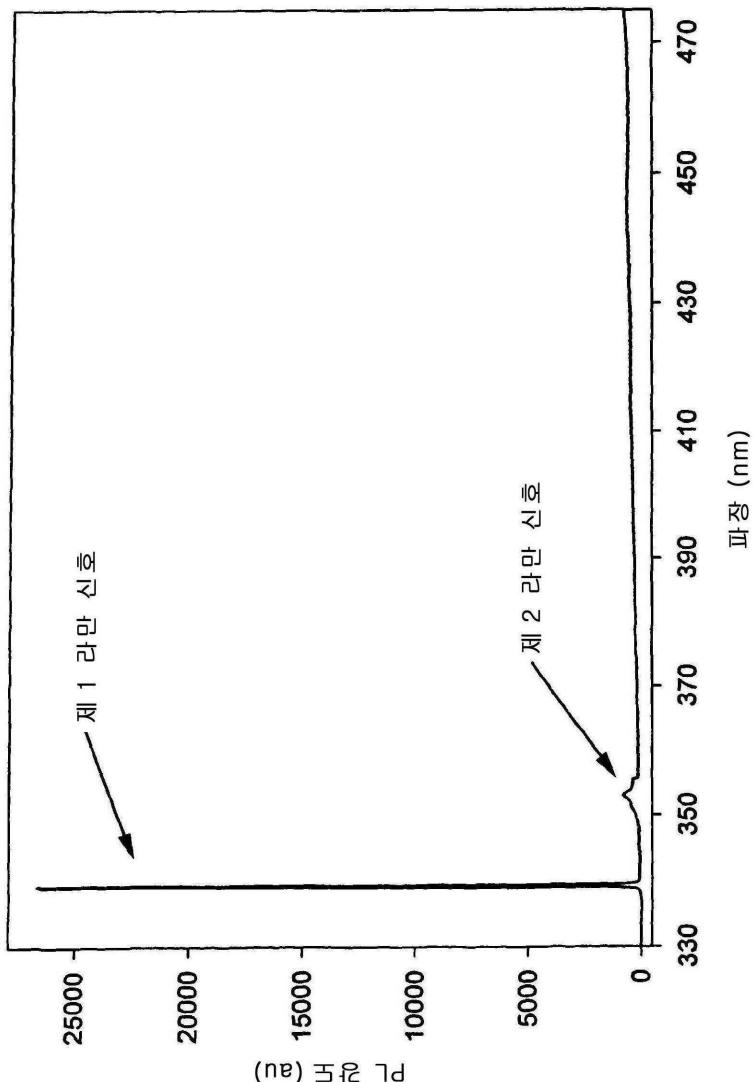
도면6



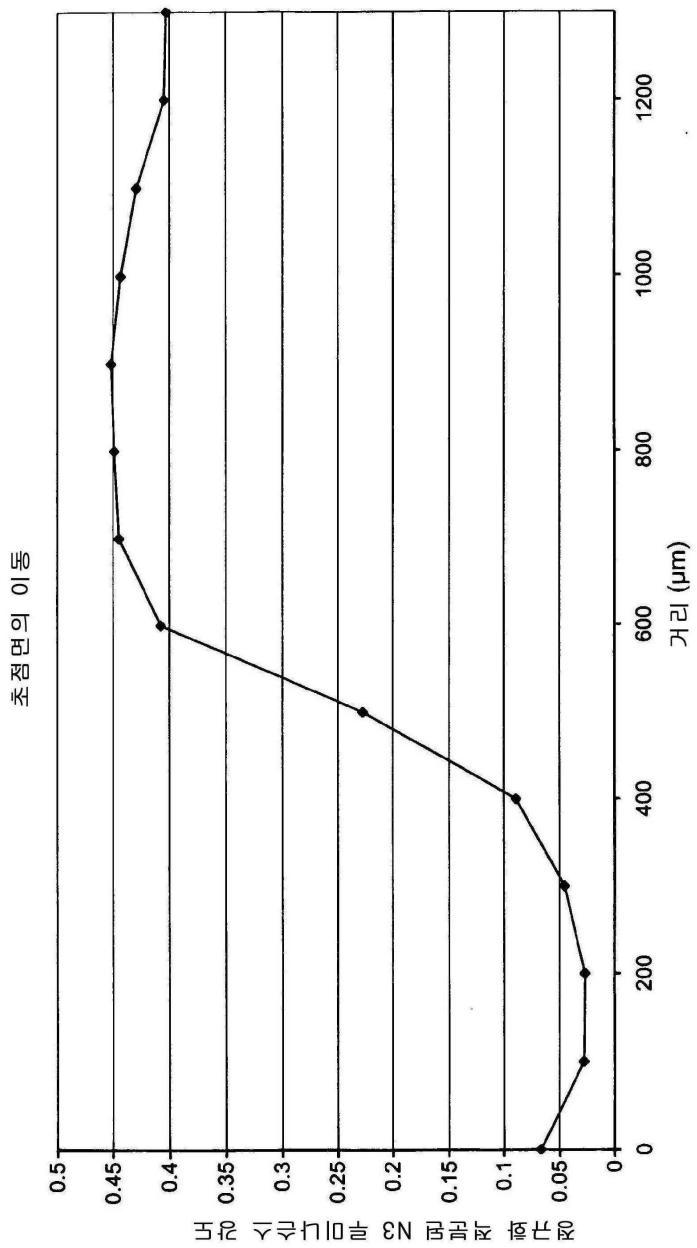
도면7



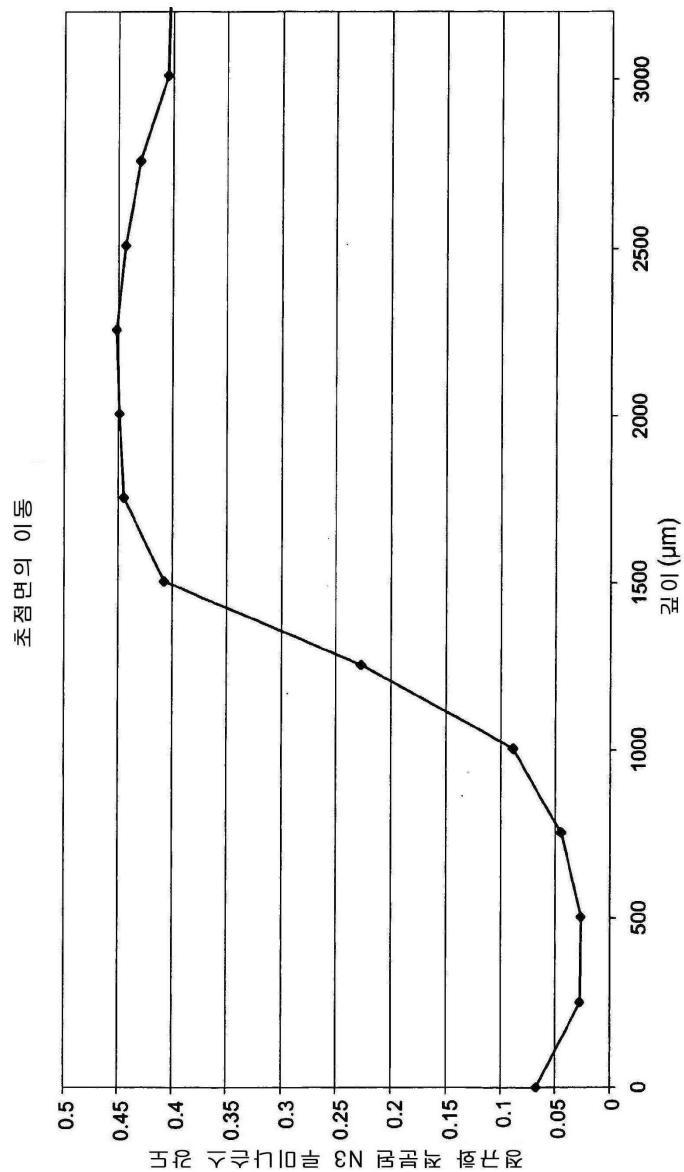
도면8



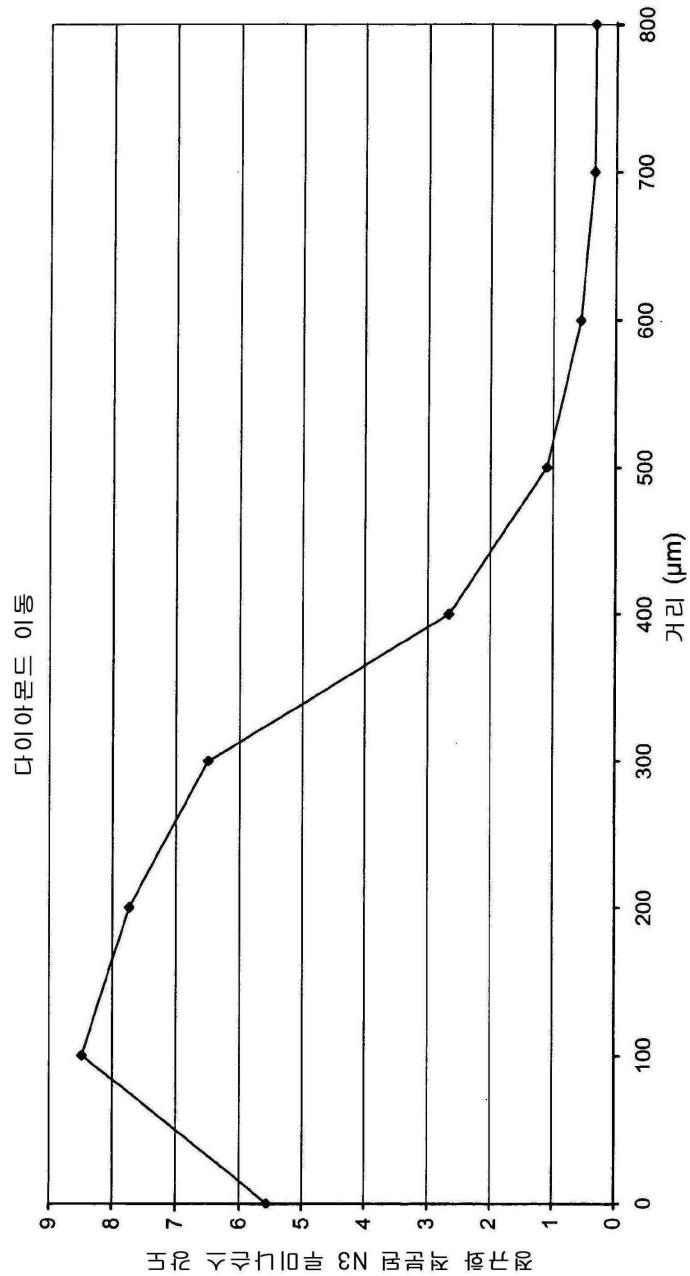
도면9a



도면9b



도면10a



도면10b

