(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第3554074号

(P3554074)

(45)発行日　平成16年8月11日(2004.8.11)　(24)登録日　平成16年5月14日(2004.5.14)

(51)Int.Cl.[7]	F I		
C30B 29/04	C30B	29/04	B
C23C 16/26	C23C	16/26	
C23C 16/50	C23C	16/50	
C30B 25/02	C30B	25/02	P
C30B 25/16	C30B	25/16	

請求項の数 8　(全 9 頁)

(21)出願番号　特願平7-106447
(22)出願日　平成7年4月28日(1995.4.28)
(65)公開番号　特開平8-81299
(43)公開日　平成8年3月26日(1996.3.26)
審査請求日　平成10年11月11日(1998.11.11)
(31)優先権主張番号　234818
(32)優先日　平成6年4月28日(1994.4.28)
(33)優先権主張国　米国(US)

前置審査

(73)特許権者　593150863
サンーゴバン　セラミックス　アンド　プラスティクス，インコーポレイティド
アメリカ合衆国，マサチューセッツ，ワーセスター，ニュー　ボンド　ストリート　1
(74)代理人　100077517
弁理士　石田　敬
(74)代理人　100092624
弁理士　鶴田　準一
(74)代理人　100087871
弁理士　福本　積
(74)代理人　100082898
弁理士　西山　雅也

最終頁に続く

(54)【発明の名称】弓そりを低下させた合成ダイヤモンド皮膜とその製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

少なくとも１０００平方ミリメートルの表面積を有する自立性ダイヤモンド皮膜を製造する方法であって、

基材を提供し、

化学蒸着によって前記基材の上に少なくとも１０００平方ミリメートルの表面積にわたってダイヤモンドの第１層を第１の厚さに堆積させ、前記第１層は第１の堆積速度で堆積させ、

前記第１層の上に、少なくとも１０００平方ミリメートルの表面積にわたってダイヤモンドの第２層を第２の厚さに堆積させ、前記第２層は第２の堆積速度で堆積させ、そして前記基材から前記ダイヤモンドを取り出す、各工程を含み、

前記第１の堆積速度は、３．０～４．８μｍ／ｈであり、

前記第２の堆積速度は、前記第１の堆積速度の少なくとも２倍であり、

前記第１の厚さが、取り出したダイヤモンドが０．０１×（Ｌ／ｔ）^{2}μｍを超えて弓そりするのを防ぐのに充分な厚さである（Ｌはダイヤモンドの表面の最長寸法（ミリメートル）、ｔはダイヤモンドの厚さ（ミリメートル））、

ことを特徴とするダイヤモンド皮膜の製造方法。

【請求項２】

前記第１の厚さが少なくとも１５０μｍであり、前記第１と第２の厚さの合計が少なくとも１０００μｍである請求項１に記載の方法。

【請求項３】
少なくとも１０００平方ミリメートルの表面積を有する自立性ダイヤモンド皮膜を製造する方法であって、
基材を提供し、
化学蒸着によって前記基材の上に少なくとも１０００平方ミリメートルの表面積にわたってダイヤモンドの第１層を第１の厚さに堆積させ、前記第１層は第１の堆積速度で堆積させ、
前記第１層の上に、少なくとも１０００平方ミリメートルの表面積にわたってダイヤモンドの第２層を第２の厚さに堆積させ、前記第２層は第２の堆積速度で堆積させ、そして
前記基材から前記ダイヤモンドを取り出す、各工程を含み、
前記第１の堆積速度は、３．０～４．８μｍ／ｈであり、
前記第２の堆積速度は、前記第１の堆積速度の少なくとも２倍であり、
前記第１の厚さが１５０～３８０μｍであり、前記第１と第２の厚さの合計が１０００～１４９０μｍである、
ことを特徴とするダイヤモンド皮膜の製造方法。
【請求項４】
前記第１の厚さが、取り出したダイヤモンドが０.０１×（Ｌ／ｔ）^{2}μｍを超えて弓そりするのを防ぐのに充分な厚さである（Ｌはダイヤモンドの表面の最長寸法（ミリメートル）、ｔはダイヤモンドの厚さ（ミリメートル））請求項３に記載の方法。
【請求項５】
前記表面積が、直径４インチ（約１０ｃｍ）のディスク形状の表面積である請求項３又は４に記載の方法。
【請求項６】
少なくとも１０００平方ミリメートルの表面積を有するほぼ平らな層状のダイヤモンド構造を有する合成ダイヤモンド皮膜構造体であって、
第１の厚さを有する第１層、及び第２の厚さを有する第２層を備え、
前記第１の厚さが、前記ダイヤモンド皮膜構造体が０.０１×（Ｌ／ｔ）^{2}μｍを超えて弓そりするのを防ぐのに充分な厚さである（Ｌはダイヤモンドの表面の最長寸法（ミリメートル）、ｔはダイヤモンドの厚さ（ミリメートル））、
請求項１に記載の方法によって製造された合成ダイヤモンド皮膜構造体。
【請求項７】
前記第１の厚さが少なくとも１５０μｍであり、前記第１と第２の厚さの合計が少なくとも１０００μｍである請求項６に記載の合成ダイヤモンド皮膜構造体。
【請求項８】
前記表面積が、直径４インチ（約１０ｃｍ）のディスク形状の表面積である請求項６又は７に記載の合成ダイヤモンド皮膜構造体。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【産業上の利用分野】
本発明は合成ダイヤモンド、より詳しくは、弓そりを低下した合成ダイヤモンド、及びその製造方法に関する。
【０００２】
【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】
ダイヤモンドは、各種の用途に魅力的な多くの特性を有する。ダイヤモンドは全ての既知の物質の中で最も熱伝導率が高く、電気絶縁性であり、このため理想的な冷却用放熱器材料である。他の有用な特性に、非常に高い硬度、熱安定性、特定の電磁波の優れた透過性がある。しかしながら、天然ダイヤモンドは、大きなサイズを必要とする用途には法外に高価である。
【０００３】
近年、ダイヤモンドの皮膜やコーティングを得るためのダイヤモンドの合成やダイヤモン

ドの堆積のために、数多くの技術が開発されてきた。これらの技術には、所謂高温高圧法（ＨＰＨＴ）と化学蒸着法（ＣＶＤ）がある。ＣＶＤ法にはプラズマ堆積法があり、例えばアーク放電を利用して炭化水素と水素のプラズマを形成する。得られたプラズマは、集束と加速用の磁石を使用して基材の方向に集束・加速することができる。例えば、米国特許第４４７１００３　号、同４４８７１６２　号、同５２０４１４４　号を参照することができ、基材の上に合成ダイヤモンドを堆積させることができるプラズマジェット堆積のタイプの例が開示されている。

【０００４】

合成ダイヤモンド皮膜は、例えば工具の磨耗面のような基材の恒久的なコーティングとして、又は環境的保護コーティングとして堆積させることができる。このような皮膜は、一般に比較的薄めの皮膜と扱われる。あるいは、一般に厚め皮膜と扱われる合成ダイヤモンドを基材上に堆積させることができ、次いで冷却用放熱器、光学窓のような用途や工具に使用する１つの「自立」物体として、好ましくはそのままで取り出す。しかしながら、そのような厚め皮膜の取り出しは、特に面積が大きい場合、問題があることが経験されている。かなりの厚さの高品質の合成ダイヤモンドを堆積させる難しさに加え、基材から無傷でダイヤモンドを取り出す問題がある。基材材料は、一般にダイヤモンドと異なる熱膨張率、分子構造、化学構造を有する。ダイヤモンド皮膜の接着と成長、及びその剥離は、特に使用する材料、表面の調製、堆積パラメーターに依存するであろう。ここで、本出願人の米国特許出願第０７／９７３９９４　号を参照することができ、ダイヤモンド皮膜の早過ぎる浮き出しを防ぐ助けをし、その適切な無傷の剥離を容易にする特定の基材の粗さを利用した自立合成ダイヤモンド皮膜の作成方法を開示している。この本出願人の明細書に開示しているように、基材はその方法をさらに容易にする中間層（例、窒化チタン）を含むことができる。

【０００５】

解決を必要とするＣＶＤ合成ダイヤモンド堆積の別な問題は、特に堆積していた基材からそれを剥がした後のダイヤモンド皮膜の変形（弓そり（ｂｏｗｉｎｇ）又はカールと称される）である。（本願において、「基材」は、その上にダイヤモンドを堆積する全ての表面を有する材料と、広い意味に解釈するものとする。）弓そりは、堆積したダイヤモンドの内部応力にある程度由来することが認識されている。従来技術（例、米国特許第５２７００７７　号）は、欠陥の成長によるダイヤモンドコーティングの張力と、コーティングの厚さ及び堆積速度に比例する内部歪みの成長を示唆している。この米国特許第５２７００７７　号は、硬質の基材から取り出したダイヤモンド皮膜の弓そり及び／又はクラックの発生によって現れると述べている。取り出した後、曲がった形状に反ることやクラックの発生によって、ダイヤモンドコーティングの内部の引張応力を開放する。米国特許第５２７００７７　号において、ダイヤモンドコーティングの中の引張応力の開放となる弓そりは、ダイヤモンドコーティングを基材から取り出したとき、ダイヤモンドコーティングがクラックや破砕の発生なしに平らな形状になることによって内部の引張応力を開放することができるように、凹型の成長面の上にダイヤモンドコーティングを成長させることによって打ち消すことができると示唆している。また、米国特許第５２７００７７　号は、ダイヤモンドコーティングを基材から取り出したときに応力を開放する変形の反対の方向に、基材上で湾曲した形状に成長することができると示唆している。基材の湾曲を、ＣＶＤダイヤモンドが成長するときに生成する引張応力に一致させることにより、応力を開放する変形が、基材から取り出したときの皮膜を平らにすることを米国特許第５２７００７７　号は示唆している。

【０００６】

本発明者らは、米国特許第５２７００７７　号に記載の方向の弓そりは、本発明者らが採用するＣＶＤプロセスには一般に生じず、一般にその反対の方向、即ち、堆積側（基材側ではない）が凸状に曲がる方向に弓そりが生じることを経験した。また、ダイヤモンド皮膜の挙動は、比較的大きい面積の自立ダイヤモンド皮膜の弓そりを説明し、その問題に取り組むには、内部応力の現象の別な理解が必要であることを示した。

【０００７】
本発明の目的は、比較的大きい面積の自立ダイヤモンド皮膜の製造方法を改良することであり、その皮膜の歪みを生じさせる応力を減らすこと、及びその他の問題を解決することである。
【０００８】
【課題を解決するための手段及び作用効果】
本発明者らは、比較的大きな面積のダイヤモンド皮膜（１０００平方ミリメートル以上、直径１．４インチの円の面積に相当）の不都合な弓そりは、基材から取り出したときにダイヤモンド皮膜の弓そりを生じさせるような、ダイヤモンドの厚さ方向の不均一な強い内部応力を減らすことによって低減可能なことを見いだした。
【０００９】
基材上に堆積したダイヤモンド皮膜は、ある状態の応力下にある。応力の性質は２通りである。第１のタイプは、皮膜と基材の間の熱膨張率の違いから生じる熱応力である。このタイプの応力は、熱特性の違いを一致させ、堆積温度を下げることによって低減できることが充分に理解できる。第２のタイプの応力は、堆積の間に皮膜に取り込まれ、固定された化学的構造的不完全性から生じる固有の又は成長した応力である。第２のタイプの応力は、前記の従来技術において言及したが、本発明者らは、歪みを支配するのは内部応力の勾配であり、有利な仕方で調節して歪みを低減又は解消できることを確認した。特に、内部応力は堆積プロセスに固有な特性であり、微細構造の不均質性に支配される。例えば、その物質の性質であっても、核形成ゾーンの比較的微細なランダムに配向した粒子、次いで高い構造的完全性の配向性の高い柱状粒子からなる層状の粒子構造に成長した化学蒸着により調製した皮膜の特性である。内部応力の発生のメカニズムは微細構造に関係し、本発明者らは、層状の微細構造の勾配が、自立皮膜の歪み（弓そり）、及び皮膜－基材の取り付け構造の場合には基材／皮膜の複合材料の曲がりに結びつく応力の勾配を形成するのであろうと考える。したがって、皮膜の厚さ全体で微細構造／欠陥の密度勾配を調節することにより、歪みを生成する応力を低減することが可能である。
【００１０】
本発明の特徴にしたがうと、比較的面積の大きいダイヤモンド皮膜のカール／歪み（弓そり）は、ダイヤモンド皮膜の初期堆積ゾーンの欠陥密度を減らし、歪みを生じさせる応力勾配を減らすことによって低減される。本発明の１つの態様において、少なくとも１０００平方ミリメートルの表面積を有する自立ダイヤモンド皮膜の製造方法が提供され、この方法は次の過程、即ち、基材を提供し、化学蒸着によって基材の上に少なくとも１０００平方ミリメートルの表面積のダイヤモンドの第１層を堆積させ、第１層は比較的小さい堆積速度で堆積させ、第１層の上に、少なくとも１０００平方ミリメートルの表面積のダイヤモンドの第２層を堆積させ、第２層は比較的大きい堆積速度で堆積させ、基材からダイヤモンドを取り出し、ここで第１層の厚さは、取り出したダイヤモンドが所定の程度以上に曲がることを防ぐに充分な厚さである。一般に、弓そりは、ダイヤモンドの面積が大きくなると増加し（即ち、あるとすれれば単位長さあたりの曲率）、ダイヤモンドが厚くなると減少する（厚い材料は所与の応力に対して曲がりが少ない）。本発明の１つの態様において、第１層の厚さは、取り出したダイヤモンドの０．０１×（Ｌ／ｔ）^{2}　μｍ以上の弓そりを防ぐに充分に厚く、ここで、Ｌはダイヤモンドの表面の最長寸法（ミリメートル）、ｔはダイヤモンドの厚さ（ミリメートル）である。即ち、厚さ１０００μｍ（１ｍｍ）で直径４インチ（１００ｍｍ）のディスク状ダイヤモンドについては、許容できる最大の弓そりは０．０１×（１００／１）^{2}　＝１００ミクロンである。本発明の１つの態様において、第１層の厚さは少なくとも１５０μｍであり、第１層と第２層の合計は少なくとも１０００μｍである。また、本発明の１つの態様において、第２層の堆積速度は、第１層の堆積速度の少なくとも２倍である。第１と第２の堆積速度は可変であり、それらの間の遷移状態は非連続的又は連続的でよい。
【００１１】
本発明の例において、特に、比較的低い内部応力（即ち、比較的少ない欠陥密度、比較的

小さい堆積速度を用いて形成することができる）と、特定の最小厚さを有するダイヤモンドの第１層は、ダイヤモンドの殆どの厚さを比較的大きい堆積速度で経済的に堆積させても、少なくとも１つの特定のサイズと全体の厚さをの自立ダイヤモンドの弓そりを抑制するに有効であることを例証する。

【００１２】

本発明のこの他の特徴と効果は、次の詳細な説明と添付の図面より明らかになるであろう。

図１に関し、本発明の１つの態様の実施に使用することができる型式のプラズマジェット堆積装置２００　の図を示す。この装置２００　は囲い２１１　の中に収められ、円筒状の陰極ホルダー２９４　、棒状の陰極２９２　、装入した流体が陰極２９２　を越えて流れることを可能にするように陰極に隣接して装着したインジェクター２９５　を有するアーク形成部２１５　を含む。円筒状の陽極は２９１　で示している。例示の装置において、装入する流体は水素とメタンの混合物でよい。陽極２９１　と陰極２９２　は、例えば直流電位の電源（図示していない）によって励起される。参照番号２１７　で示す円筒状の磁石は、アーク形成部で生成したプラズマを制御するために使用する。磁石は、プラズマが堆積領域６０に達するまで、プラズマを狭い円柱の中に保持する。その中を冷却液が循環することができる随意の冷却用コイル２３４　を、磁石の中に配置することができる。

【００１３】

運転において、水素とメタンの混合物をインジェクター295 に供給し、アーク形成部の前方でプラズマを形成し、堆積領域の方向に加速し、集束させる。プラズマ形成領域での温度と圧力は、一般にそれぞれ約１５００～１５０００℃と約１００～７００トール（約１．３３×10^4～９．３１×10^4Pa）であり、堆積領域ではそれぞれ約８００～１１００℃と約０．１～２００トール（約１３．３～２．６６×10^4Pa）である。当該技術分野で公知のように、合成多結晶ダイヤモンドは、メタン中の炭素を選択的にダイヤモンドとして堆積させ、生成したグラファイトはガス化を促進する水素と結合させて飛散させることにより、前記のプラズマから作成することができる。プラズマジェット堆積装置のより詳しい説明は、米国特許第4471003 号、同4487162 号、同5204144 号を参照することができる。他の型式のＣＶＤ堆積装置を含むこの他の適当な堆積装置を、本願で開示する本発明の特徴と組み合わせて使用可能であることが理解されるであろう。

【００１４】

チャンバーの底部１０５Ａは、基材を装着できるベース１０６　を有し、基材１０６　の上に合成ダイヤモンドを堆積させる。ベースは温度調節器を含むことができる。基材は、例えばモリブデン、タングステン、グラファイトでよく、現在のところモリブデン（及び比較的少量のチタンとジルコニウムを含むＴＺＭのようなモリブデン合金）が好ましい。例えば本出願人の米国特許出願第９７３９９４号を参照することができ、堆積の間とその後のダイヤモンドの適当な保持と剥離に関する基材の粗さの考えを開示しており、また、その上に合成ダイヤモンドを堆積させて最終的に取り出す基材のコーティングとしての窒化チタン層のような中間層（図２に３０で例示）の使用の効果を開示している。基材は、例えば米国特許第５２０４１４４　号に開示のように、堆積の間に傾斜し、回転させることができる。

【００１５】

図２に関して、本発明の１つの態様にしたがって多結晶合成ダイヤモンドを作成する過程の操作上のフローチャートを示す。ブロック１１０　は、特定の厚さのダイヤモンド皮膜の比較的小さい堆積速度での堆積を表す。堆積した表面積は少なくとも１０００平方ミリメートルであるが、それより相当に大きくてもよい。この態様例において、堆積しながら傾けて回転させる直径４インチのディスクの表面を堆積物が覆う。中間層の厚さは少なくとも１５０μｍである。この態様例において、図１に示す型式の装置で約４μｍ／ｈの堆積速度となる堆積条件は、例えば次の通りである。

【００１６】

・堆積温度　　８５０℃
・エンタルピー　　７０ＫＪ／ｇH_2
・圧力　　10^3　Ｐａ
・メタン濃度　　０．０６％
・水素濃度　　残り

所望の厚さの第１層を堆積させた後（この例では少なくとも約３８時間）、ブロック１２０　は、大きい堆積速度でのダイヤモンドの堆積に堆積条件を変化させる（ダイヤモンド中に高いレベルの欠陥があってもよい）ことを示す。この例において、この層は中間層よりも低品質なことがあるが、それでも比較的高い熱伝導率を有するかなり良好な品質の合成ダイヤモンドであり、例えば冷却用放熱器の用途に使用可能である。この例の第２の堆積速度は約１１μｍ／ｈの堆積速度である。堆積条件は、例えば前記と同じでよいが、メタン濃度は約０．１２％である。この例では第２層の厚さが少なくとも約８５０μｍになるまで約７８時間これらの条件下で堆積を継続する（ブロック１３０　）。この例において、全皮膜の厚さはちょうど１０００μｍ（１ｍｍ）を超える。さらに大きい成長速度の物質でも熱伝導率は依然として約１０Ｗ／ｃｍ・Ｋと極めて良好である。

【００１７】

次いで層状のダイヤモンド構造を、例えば冷却によって基材から取り出すことができ（前記の本出願人の米国特許出願第９７３９９４を参照）、次いでブロック１５０　で示したように、堆積チャンバーから取り出す。

図３は、前記の例のダイヤモンド皮膜構造体３００　を示し、基材側の層を３１０　で示し、堆積側の層を３２０　で示す。

【００１８】

【実施例】

次の例において、上記の型式の装置と堆積条件によって、直径４インチ（約１０ｃｍ）の合成ダイヤモンドのディスクを作成した。核生成密度は、炭素質の原料ガス（この場合はメタン）をプラズマに導入する時間を変化させることによって調節した。プラズマは基材を加熱する初期の段階はアルゴンと水素である。一般に、メタンを速く装入すると、核生成速度は高い。堆積の後、核生成密度を表面積の１平方ミリメートルあたりの結晶粒子の数として測定し、走査型電子顕微鏡を用いてサンプルのディスクの核生成側を測定する。得られたサンプルは、円形のマンドレルのエッジと重なり、粗い環状のリムを形成するサンプルの周囲である所謂フラッシングを有した。弓そりを測定する前にレーザーを用いてフラッシングを除去した。弓そりは光学プロフィロメーターを用いて測定し、コップのような面の最も低い箇所から、ダイヤモンドサンプルの周囲の最も高い箇所で定められる面において測定した。本願で言及する弓そりの測定は、剥離して室温まで冷却した後に測定し、例えばマンドレルの厚さ方向の温度勾配によって発生するマンドレルの歪みから生じる弓そりの全ての成分を含む。マンドレルの歪みは、この例において、約４０μｍと推定された。

【００１９】

例１

この例において、１０００μｍ以上の厚さの合成ダイヤモンドディスクを、約１１．７μｍ／ｈの堆積速度で作成した。このディスクの１つは厚さが約１０５４μｍであり、約１．６×10^5／mm^2の核生成密度を有し、約１５０μｍの弓そりを有すると測定された。もう１つのディスクは厚さが約１０７０μｍで、約10^7／mm^2の核生成密度を有し、約１３０μｍの弓そりを有すると測定された。（これら及び他の記載の例において、剥離したダイヤモンドの弓そりは、堆積側が凸状に曲がった。）ここで、これらのディスクについて、１００μｍ以上の比較的大きい弓そりが観察された。（厚さ約１０００μｍの４インチ（約１０ｃｍ）のディスクについて、０．０１×（Ｌ／ｔ）^{2}（Ｌはダイヤモンドの表面の最長寸法の１００ミリメートルの直径、ｔは約１ミリメートルの厚さ）の弓そりは問題であると考えられる。）一般に、これら及び他のサンプルより、比較的大きい堆積速度（その装置、パラメーター、幾何学形状について、１１．７μｍ／ｈの堆積速度は

比較的大きい堆積速度である）を問題のある弓そりを呈すると評価された。

【００２０】

例２

この例において、約４．８μｍ／ｈの比較的小さい堆積速度で合成ダイヤモンドディスクを作成した。ディスクは厚さが約１３３０μｍで、約１．６×10^5／mm^2の核生成密度の測定値を有し、約５０μｍの弓そりの測定値を有した。一般に、このサンプルと他のサンプルから、比較的小さい堆積速度（その装置、パラメーター、幾何学形状について、４．８μｍ／ｈの堆積速度は比較的小さい堆積速度である）は、問題のある弓そりを示さなかった。

【００２１】

例３

この例において、ダイヤモンドのディスクのサンプルを層状に作成し、初期（第１）堆積速度は比較的小さく、第２堆積速度は比較的大きくした。これらのサンプルの第１層の厚さは約１２０μｍであった。これらのサンプルの１つで、初期の小さい堆積速度が約４．８μｍ／ｈで、その次の大きい堆積速度が約１１．６μｍ／ｈのサンプルは、得られたダイヤモンドディスクが厚さ約１０４０μｍ、核生成密度の測定値が約１．４×10^6／mm^2、弓そりの測定値が約１４９μｍであった。小さい堆積速度が約３．０μｍ／ｈで、続く大きい堆積速度が約１１．６μｍ／ｈのもう１つのサンプルは、得られたダイヤモンドディスクが厚さ約１０４０μｍ、核生成密度の測定値が約１．４×10^6、弓そりの測定値が約１２０μｍであった。このサンプル及び同様なサンプルより、そのサンプルのサイズと関連の厚さについて、初期の比較的少ない欠陥の層（比較的小さい堆積速度で）の１２０μｍは、最終的なサンプルの不都合な弓そりを防ぐに充分でないことが分かる。

【００２２】

例４

この例において、初期の小さい堆積速度を用いてサンプルを層状に作成した。これらサンプルの第１層の厚さは約３８０μｍであった。約１２３０μｍ～約１４９０μｍの間で厚さを変えて、数種のサンプルを作成した。これらのサンプルの小さい堆積速度は約４．８μｍ／ｈで、大きい堆積速度は約１１．６μｍ／ｈであった。核生成密度は、１つのサンプルで約４．９×10^5／mm^2であり、他の殆どのサンプルは10^7／mm^2であった。このサンプル及び同様なサンプルより、そのサンプルのサイズと関連の厚さについて、初期の比較的少ない欠陥の層の３８０μｍは、最終的なサンプルの不都合な弓そりを防ぐに充分である（恐らく、充分過ぎる）ことが分かる。

【００２３】

例５

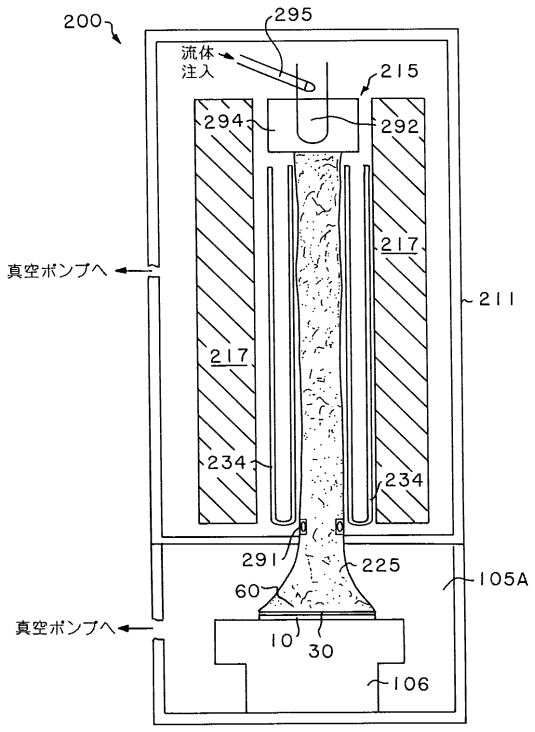
この例において、初期の小さい堆積速度を用いてサンプルを再び層状に作成した。これらサンプルの第１層の厚さは１８０μｍであった。２つのサンプルを作成し、その厚さは約１１８０μｍと約１２７０μｍであった。これらサンプルの小さい堆積速度は約４．８μｍ／ｈで、大きい堆積速度は約１１．６μｍ／ｈとした。核生成密度は、１つのサンプルで約10^7／mm^2以上であった。いずれも弓そりの測定値は１００μｍ未満であり、厚さ１１８０μｍのサンプルでは約４８μｍの測定値で、厚さ１２７０μｍのサンプルでは約８９μｍの測定値であった。これらサンプル及び類似のサンプルより、そのサンプルのサイズと関連の厚さについて、初期の比較的少ない欠陥の層の１８０μｍは、最終的なサンプルの不都合な弓そりを防ぐに充分であることが分かった。例３から分かるように、１２０μｍは不充分である。１５０μｍの厚さで丁度充分であると考えられる。

【００２４】

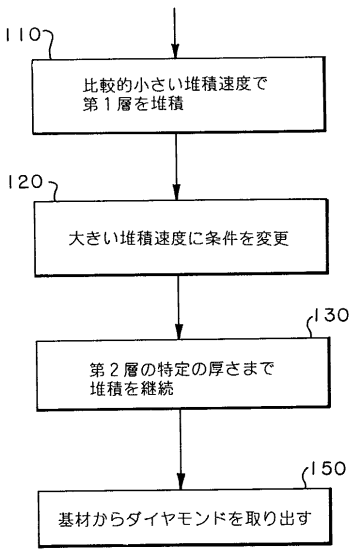
本発明を特定の態様について開示してきたが、当業者であれば本発明の技術的思想と範囲の中で各種の変化が可能であろう。例えば、例示の層と方法は堆積速度にはっきりした違いがあるが、所望により、堆積条件を徐々に変えることができ、それにより任意の所望のサイズの遷移領域が得られるであろう。

【図面の簡単な説明】
【図１】本発明の実施に使用可能な装置の、部分的にまとまりのある状態の大要の横断面図である。
【図２】本発明の１つの態様にしたがった方法の操作フローチャートである。
【図３】本発明の１つの態様にしたがって作成したダイヤモンド皮膜の横断面図である。
【符号の説明】
２００…プラズマジェット堆積装置
２１５…アーク形成部
２１７…磁石
２９１…陽極
３００…ダイヤモンド皮膜構造体

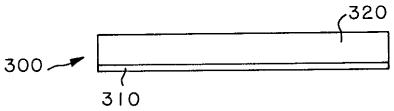
【図１】



【図２】



【図３】



フロントページの続き

(74)代理人 100081330
弁理士 樋口 外治
(72)発明者 ヘンリー ウィンディッシュマン
アメリカ合衆国, マサチューセッツ ０１５３２, ノースボロー, ローレル アベニュ １０

審査官 藤原 敬士

(56)参考文献 特開平０３－１５０２９７（ＪＰ, Ａ）
特開平０４－２２８４９７（ＪＰ, Ａ）
特開平０５－３０６１９５（ＪＰ, Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.[7], ＤＢ名)
C30B 29/04
C23C 16/26
C23C 16/50
C30B 25/02
C30B 25/16