

(21) 申請案號：101139688

(22) 申請日：中華民國 101 (2012) 年 10 月 26 日

(51) Int. Cl. : C23C16/02 (2006.01)

C23C16/27 (2006.01)

(71) 申請人：國立交通大學（中華民國）NATIONAL CHIAO TUNG UNIVERSITY (TW)
新竹市大學路 1001 號

(72) 發明人：張立 CHANG, LI (TW)；陳怡鏞 CHEN, YI CHUN (TW)

(74) 代理人：黃孝惇

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：10 項 圖式數：3 共 17 頁

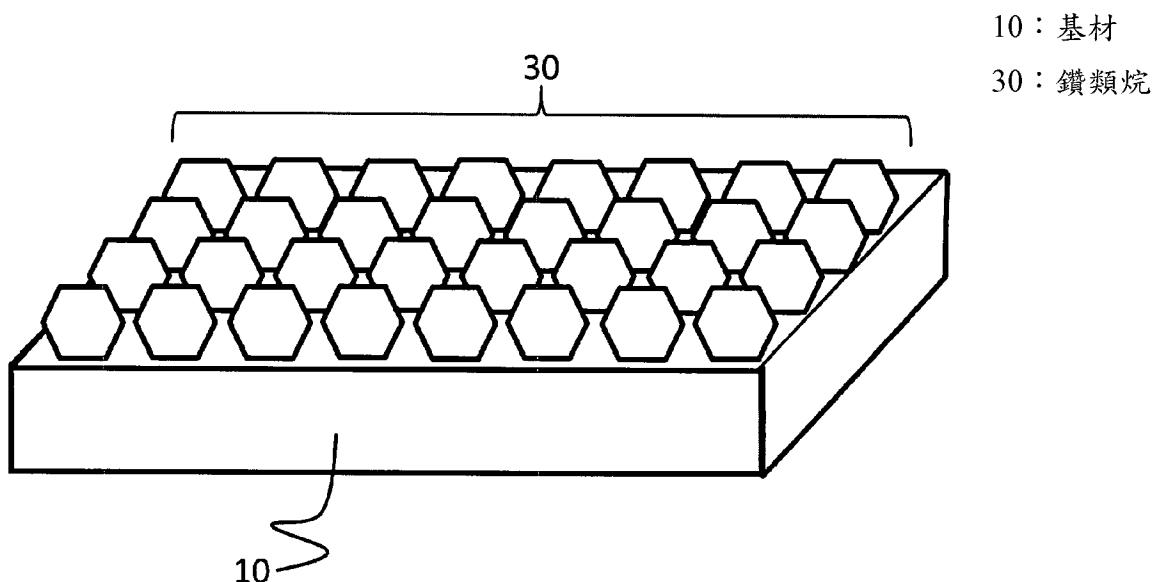
(54) 名稱

一種形成鑽石膜的成核方法

A METHOD OF DIAMOND NUCLEATION AND GROWTH FOR DIAMOND FILM FORMATION

(57) 摘要

一種在鑽石膜的成核方法，包括下述的步驟。首先，提供鑽石膜成核的一基材，然後將鑽類烷類烷粉末溶解在一種具有黏著性之溶劑內以形成一個混合溶液，將基材浸潤混合溶液內使鑽類烷經由黏著溶劑附著在基材上作為後續鑽石成長之成核來源。



第 1C 圖

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：101139688

※申請日：101.10.26 ※IPC分類：C23C 16/02 (2006.1)
C23C 16/27 (2006.1)

一、發明名稱：(中文/英文)

一種形成鑽石膜的成核方法 / A METHOD OF DIAMOND
NUCLEATION AND GROWTH FOR DIAMOND FILM FORMATION

二、中文發明摘要：

一種在鑽石膜的成核方法，包括下述的步驟。首先，提供鑽石膜成核的一基材，然後將鑽類烷類烷粉末溶解在一種具有黏著性之溶劑內以形成一個混合溶液，將基材浸潤混合溶液內使鑽類烷經由黏著溶劑附著在基材上作為後續鑽石成長之成核來源。

三、英文發明摘要：

A method of diamond nucleation and growth for formation of a diamond film comprises the following steps. Firstly, a substrate is provided upon which diamond is to be nucleated. Diamondoid powders are then dissolved in an adhesive solvent to form a mixing solution. The substrate is dipped into the mixing solution to let the diamondoid attach to the substrate through the solvent of high viscosity. Diamonds nucleated by the abovementioned method is also disclosed in the present invention.

201416479

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第 1C 圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

10 基材

30 鑽類烷

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種在鑽石膜成長過程中的成核方法，特別是關於一種將鑽類烷與具有黏著溶劑結合之鑽石膜成長的方法。

【先前技術】

鑽石具有許多優越的性質，如寬能隙、化學惰性、高載子遷移率、極佳的生物相容性、高聲波傳播速度、良好的透光性、高熱傳導率、和最大的硬度，使鑽石成為一個具有廣泛應用範圍的候選者，如微電子、光學、磨潤、熱管理、生物醫學、DNA 感應器、製造工程等。

最近，發現成核是長出鑽石薄膜的關鍵步驟。因此，有許多研究合成鑽石膜和提高成核密度的方法，如刮痕法、離子束協助沉積法、和偏壓輔助成核法。

然而，刮痕法會嚴重損傷基材表面，使得長出的鑽石薄膜無法用於電子元件上。

此外，離子束協助沉積法會導致非晶碳伴隨著奈米鑽石顆粒的產生，亦有可能在非晶碳化層內形成鑽石結晶，可能在鑽石和基材之間造成不好的結晶方向，因此無法為電子元件提供具有良好方向的良好鑽石膜。

至於偏壓輔助成核法，雖然對基材表面造成的損傷程度小於刮痕法，但不適合高度粗糙表面的要求。在偏壓輔助成核之前，仍需進行碳化的步驟，故會增加合成鑽石的時間，偏壓輔助成核法的另一個缺點是基板必須具有導電

性，否則偏壓輔助成核將無法進行。

【發明內容】

金剛烷($C_{10}H_{16}$)是一系列碳架構之一，其係一種非常穩定的結晶化合物，並且具有點組對稱性， T_d 。而且，金剛烷是一種最小可能的鑽類烷(化學式為 $C(4n+6)H(4n+12)$ ，其中 $n=0, 1, 2, 3\dots$)，含有由 16 個氫原子圍繞之 10 個碳原子排列而成的一個鑽石晶格網。因此，可使用如金剛烷和其衍生物的烷鑽鑽類烷，作為本發明之鑽石膜的成核的核種。

本發明之一目的是提供一種在鑽石膜成長過程中的成核方法。此方法包括下述的步驟：首先，提供鑽石膜成核的一個基材，然後將鑽類烷溶解在一種黏著溶劑內以形成一個混合溶液，將基材插入混合溶液內，使鑽類烷經由黏著溶劑附著在基材上。

較佳地，黏著溶劑是乙二醇或二乙二醇。

較佳地，鑽鑽類烷係由金剛烷、雙金剛烷、三金剛烷、四金剛烷、戊金剛烷、環己金剛烷、癸金剛烷、同分異構物和其衍生物等群組中所選出。

較佳地，將基材浸潤至混合溶液中。

較佳地，本發明所揭示在鑽石膜成長過程中的成核方法更進一步包括下述的步驟：首先，提供一個反應器，且反應器有一個密閉空間，在反應器內放入供鑽石膜成長的基材，根據一個較佳的實施例，反應器的構造能進行一種微波電漿化學氣相沉積技術。

較佳地，鑽類烷與黏著溶劑之間重量百分比的比率是由 10 至 100。

較佳地，基材係由 Si、AlN、TiN、GaN、TiC 和藍寶石等群組中所選出。

本發明的另一個目的是提供以上述方法成核的一種鑽石膜，較佳地，黏著溶劑是乙二醇或二乙二醇。較佳地，鑽類烷是係由金剛烷、雙金剛烷、三金剛烷、四金剛烷、戊金剛烷、環己金剛烷、癸金剛烷、同分異構物和其衍生物等群組中所選出。

以下說明及第 1A 圖、第 1B 圖、第 1C 圖、第 2A 圖、第 2B 圖、第 2C 圖、第 3A 圖、第 3B 圖和第 3C 圖說明和瞭解本發明的特徵和優點。

【實施方式】

請參考第 1A 圖、第 1B 圖、和第 1C 圖。第 1A 圖、第 1B 圖、和第 1C 圖顯示根據本發明之一個較佳的實施例，在一個基材上一種在鑽石膜成長過程中的成核方法。

如第 1A 圖所示，提供鑽石膜成核的一個基材 10。較佳地，基材係由 Si、AlN、TiN、GaN、TiC 和藍寶石等群組中所選出。即使用本發明提供的方法時，基材 10 的選擇並不限於導電基材。

如第 1B 圖所示，然後將鑽類烷溶解在一種黏著溶劑內以形成一個混合溶液 20，且然後將基材 10 浸潤至混合溶液 20 內進行一個浸潤塗佈程序。較佳地，鑽類烷與黏著溶劑之間重量百分比的比率是由 10 至 100。例如，可將 0.1g

的金剛烷加入 0.1 ml 的黏著溶劑，或將 1g 的金剛烷加入 0.1 ml 的黏著溶劑。而本發明不限於任何比例。

第 1B 圖所示，較佳地，鑽類烷係由金剛烷、雙金剛烷、三金剛烷、四金剛烷、戊金剛烷、環己金剛烷、癸金剛烷、同分異構物和其衍生物等群組中所選出。而且，根據本發明之第一個實施例，黏著溶劑是乙二醇，且根據本發明之第二個實施例，黏著溶劑是二乙二醇。然而，黏著溶劑將不限於上述兩個根實施例，且可能是具有黏度的其它溶劑。

如第 1C 圖所示，然後鑽類烷 30 經由黏著溶劑附著在基材 10 上。也就是，鑽類烷 30 能附著在基材 10 上而不損傷基材 10，並且鑽類烷 30 是作為接下來之成長步驟的核種。在一個較佳的實施例內，提供一個反應器，反應器有一個密閉的空間。在反應器內放入供鑽石膜成長的基材 10。

仍如第 1 C 圖所示，根據較佳的實施例，反應器的構造能進行一種微波電漿化學氣相沉積技術，較佳地，鑽石膜在基材上成長的步驟是在 500 至 1000 °C 的溫度下進行。

續如第 1 C 圖所示，根據較佳的實施例，如上述鑽石膜在基材上成長的步驟更進一步包括一個將一種氣體導入空間的程序。較佳地，製程氣體是由 H₂ 和 CH₄ 組成，且 H₂ 和 CH₄ 的混合比率是由 0.1% 至 10%。

而如第 1 C 圖所示，根據較佳的實施例，鑽石膜在基材上成長的步驟花費由 0.5 個小時至 2 個小時，且 1 個小時是最佳的。而且，亦提供微波電漿化學氣相沉積的其它條件如下：例如，微波功率是由 500W 至 3000W，氣體的流

量是由 100 至 1000 sccm 等。然而，本發明並不限制這樣的條件。

請參考第 2A 圖、第 2B 圖和第 2C 圖以及第 3A 圖、第 3B 圖和第 3C 圖，第 2A 圖和第 3A 圖顯示根據本發明之第一個實施例和第二個實施例，在基材上成長之鑽石膜的低倍率影像。

第 2B 圖和第 3B 圖顯示根據本發明之第一個實施例和第二個實施例，其在基材上成長之鑽石膜的高倍率影像。且第 2C 圖和第 3C 圖顯示根據本發明之第一個實施例和第二個實施例，其在基材上成長之鑽石膜的拉曼光譜。

如第 2A 圖和第 3A 圖中所示，清楚地顯示鑽類烷將以 $3.4 \times 10^8 \text{ cm}^{-1}$ 的密度連續地附著在基材上，且成長速率約為每小時 1-2 μm ，即成長速率比以前還快。且亦清楚地顯示成長在基材上的鑽類烷具有鑽石的形貌。

第 2C 圖和第 3C 圖顯示以金剛烷作為核種而成長在基材上之鑽石膜的拉曼光譜。在光譜內，鑽石膜在約 1332 cm^{-1} 的特徵峰是非常明顯的。如乙二醇或二乙二醇之黏著溶劑對提升金剛烷的附著效率是有相當幫助的。

總之，本發明所揭示在鑽石膜成長過程中的成核方法將不會損傷基材，且將不會花費很長的成核時間。且以浸潤塗佈程序來進行成核的步驟，且對具有較大面積之基材上的應用可能更有效率、簡單和適合。

以上所述僅為本發明之較佳實施例而已，並非用以限定本發明之申請專利範圍；凡其它未脫離本發明所揭示之精神下所完成之等效改變或修飾，均應包含在下述之申請

專利範圍內。

【圖式簡單說明】

第 1A 圖、第 1B 圖、和第 1C 圖顯示根據本發明之一個較佳的實施例，在一個基材上一種在鑽石膜成長過程中的成核方法。

第 2A 圖顯示根據本發明之第一個實施例，在基材上成長之鑽石膜的低倍率影像。

第 2B 圖顯示根據本發明之第一個實施例，在基材上成長之鑽石膜的高倍率影像。

第 2C 圖顯示根據本發明之第一個實施例，在基材上成長之鑽石膜的拉曼光譜。

第 3A 圖顯示根據本發明之第二個實施例，在基材上成長之鑽石膜的低倍率影像。

第 3B 圖顯示根據本發明之第二個實施例，在基材上成長之鑽石膜的高倍率影像。

第 3C 圖顯示根據本發明之第二個實施例，在基材上成長之鑽石膜的拉曼光譜。

【主要元件符號說明】

10 基材

20 混合溶液

30 鑽類烷

七、申請專利範圍：

1. 一種在鑽石膜成長過程中的成核方法，至少包含：
 - 提供一鑽石膜成核的一基材；
 - 溶解一鑽類烷於一黏著溶劑內以形成一混合溶液；
浸潤至該基材於該混合溶液內，其中該鑽類烷經由該黏著溶劑附著在該基材上；
 - 提供一具有密閉之空間的一反應器，其中該反應器的能進行一電漿化學氣相沉積技術；
 - 放入基材於該反應器內；以及
 - 成長一鑽石膜於該在基材上。
2. 如申請專利範圍第 1 項所述之方法，其中該黏著溶劑係由乙二醇與二伸乙甘醇群組中所選出。
3. 如申請專利範圍第 1 項所述之方法，其中該鑽類烷係由金剛烷、雙金剛烷、三金剛烷、四金剛烷、戊金剛烷、環己金剛烷、癸金剛烷、同分異構物與其衍生物群組中所選出。
4. 如申請專利範圍第 1 項所述之方法，其中浸潤至該基材於該混合溶液的步驟包含進行浸潤塗佈程序。
5. 如申請專利範圍第 1 項所述之方法，其中該鑽類烷與該黏著溶劑之間重量百分比的比率包含由 10 至 100。
6. 如申請專利範圍第 1 項所述之方法，其中該基材係由 Si、AlN、TiN、GaN、TiC 以及藍寶石群組中所選出。
7. 一種鑽石膜的成核方法，至少包含：
 - 提供一鑽石膜成核的一基材；

溶解一鑽類烷在一黏著溶劑內以形成一混合溶液；以及

浸潤至該基材於該混合溶液內，其中該鑽類烷經由該黏著溶劑附著在該基材上。

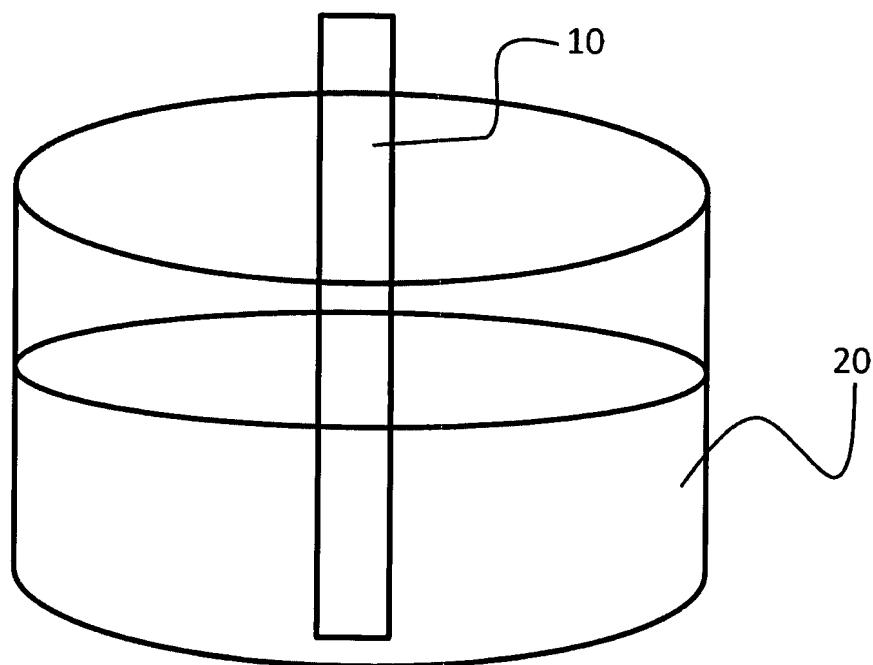
8. 如申請專利範圍第 7 項所述之方法，其中該黏著溶劑係由乙二醇以及二乙二醇群組中所選出。
9. 如申請專利範圍第 7 項所述之方法，其中該鑽類烷是係由金剛烷、雙金剛烷、三金剛烷、四金剛烷、戊金剛烷、環己金剛烷、癸金剛烷、同分異構物以及其衍生物群組中所選出。
10. 如申請專利範圍第 7 項所述之方法，其中插入該基材於混合溶液的步驟包含進行浸潤塗佈程序。

201416479

八、圖式：

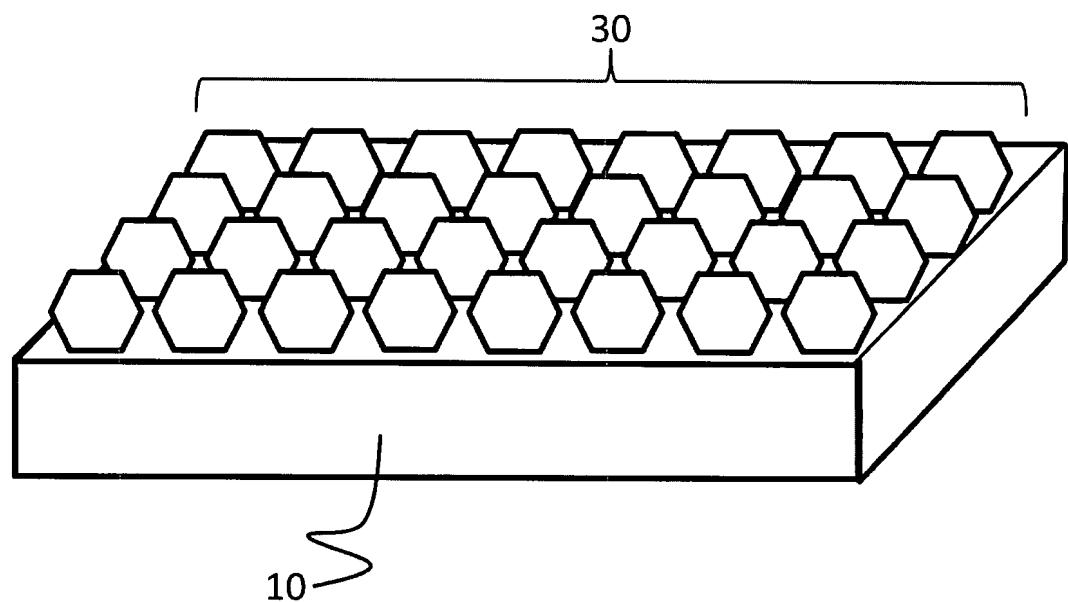
10

第 1A 圖



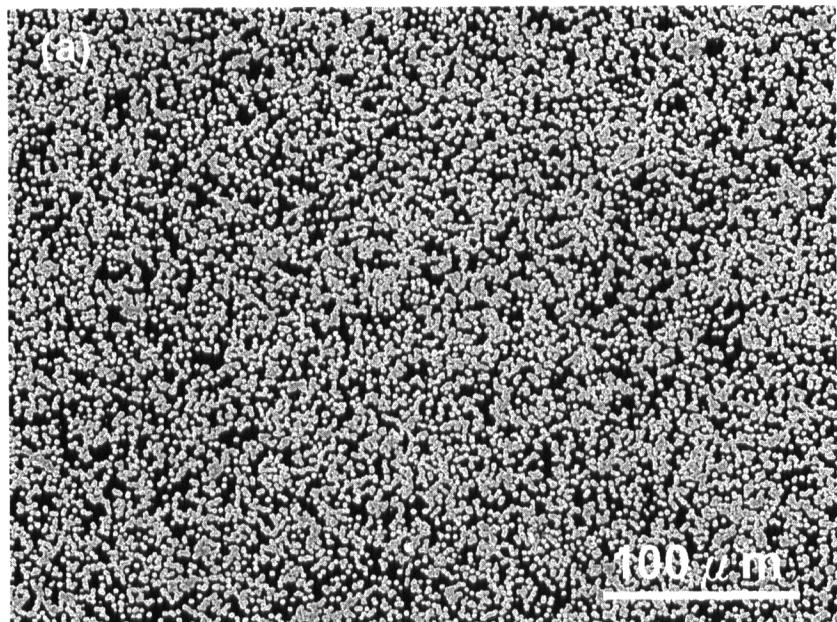
第 1B 圖

201416479

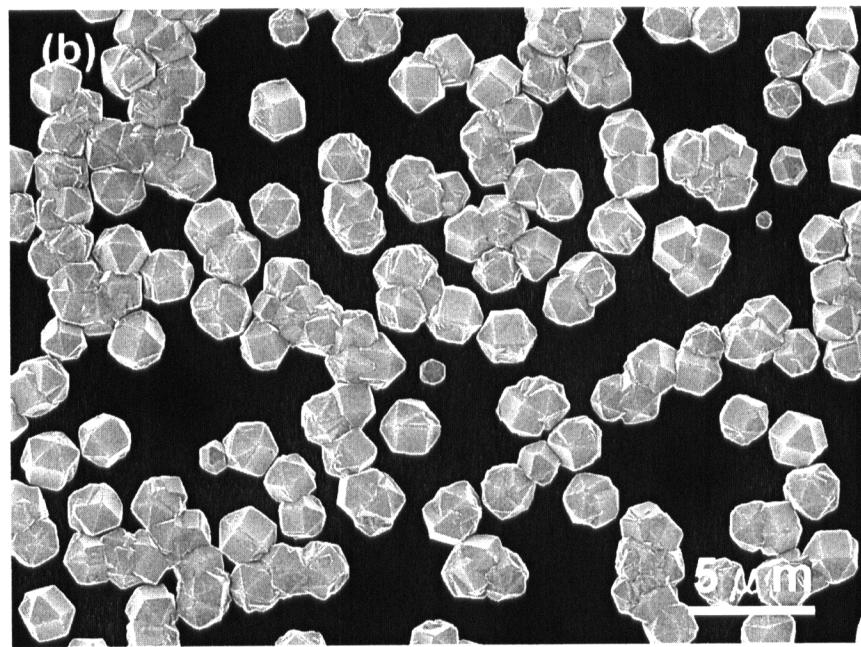


第 1C 圖

201416479

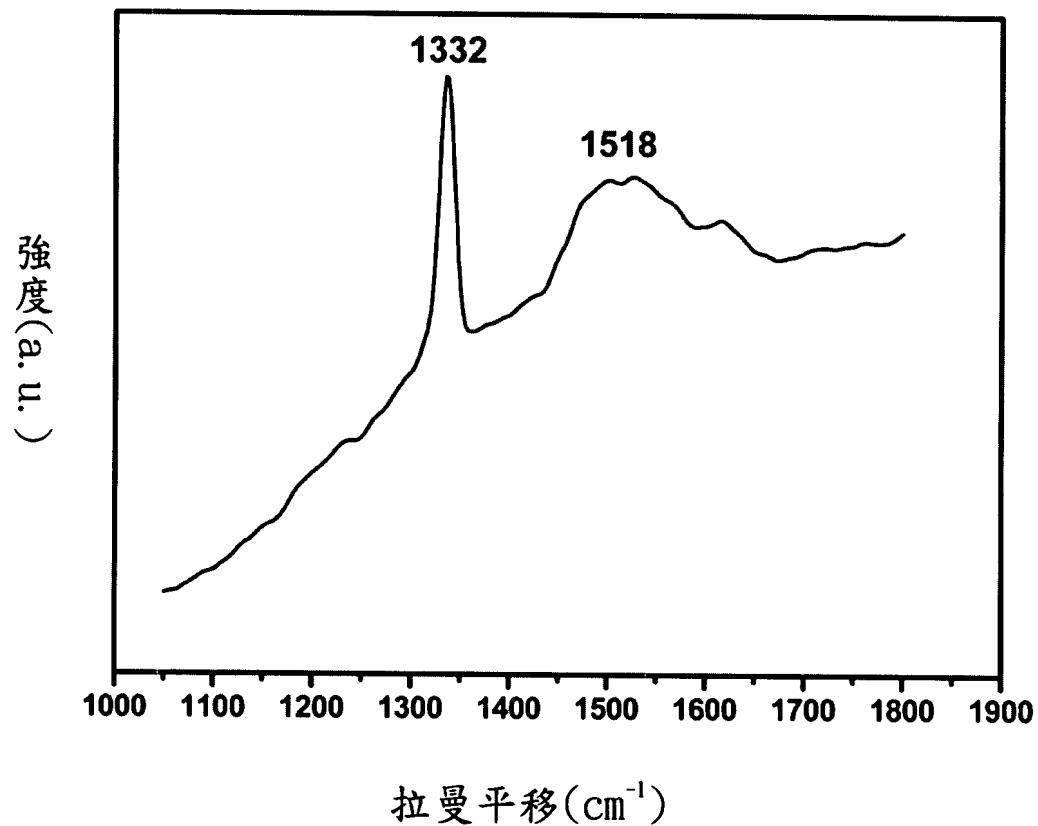


第 2A 圖



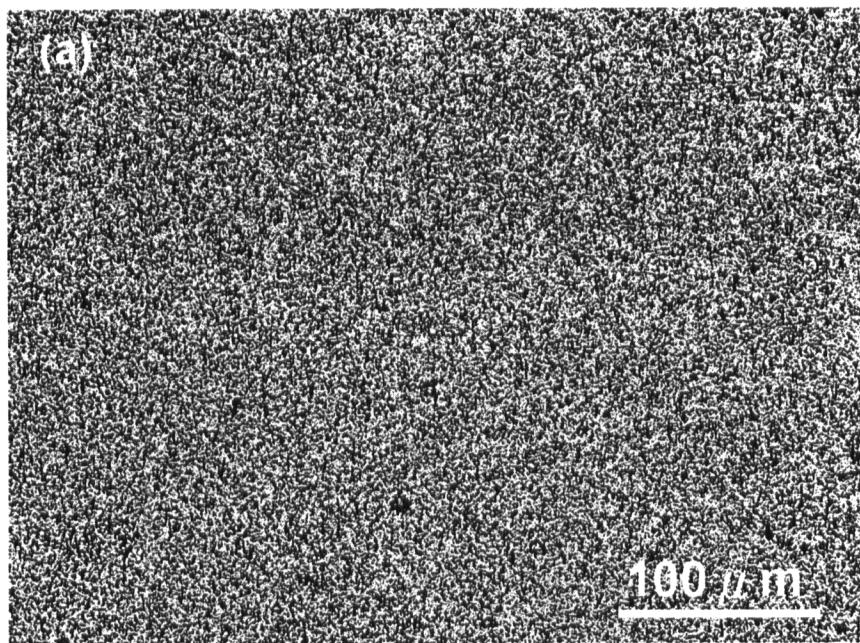
第 2B 圖

201416479

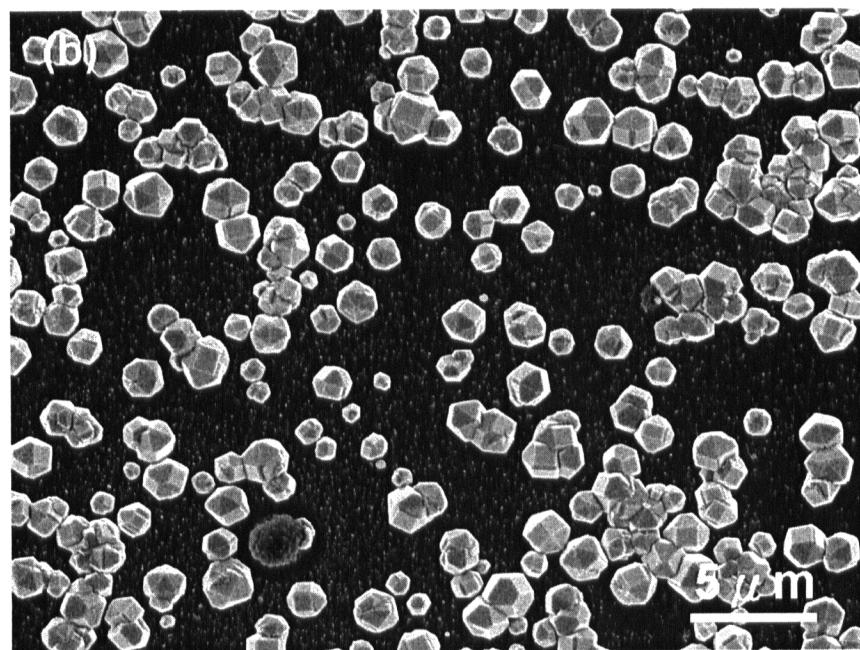


第 2C 圖

201416479

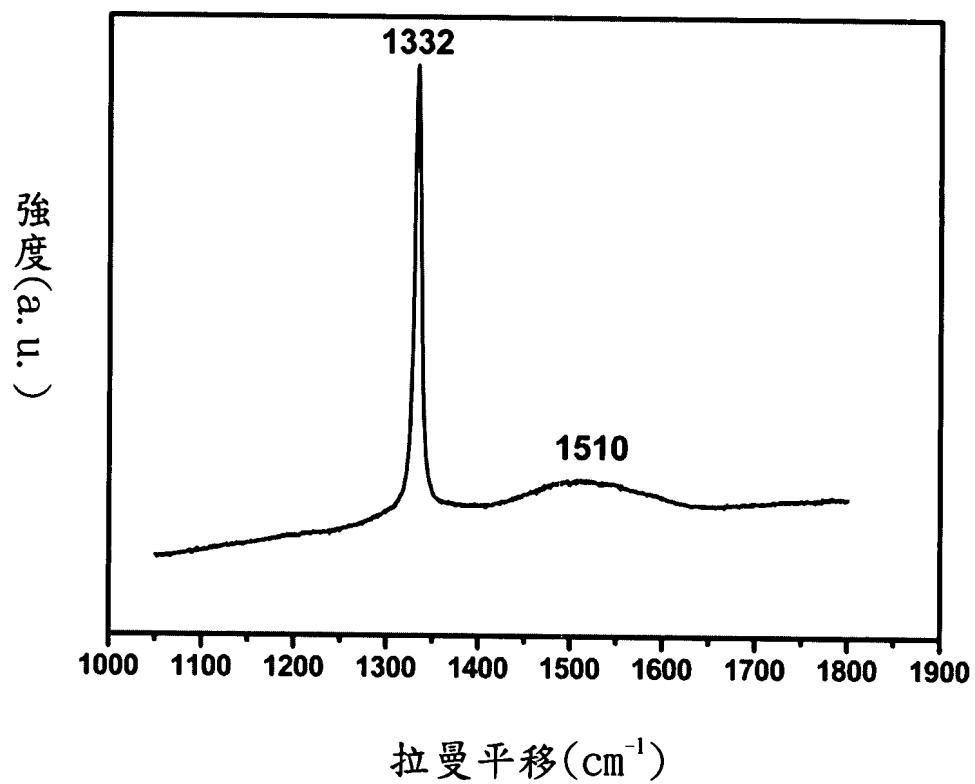


第 3A 圖



第 3B 圖

201416479



第 3C 圖