

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 638 166**

51 Int. Cl.:

C23C 16/511	(2006.01)
C23C 16/27	(2006.01)
C30B 25/10	(2006.01)
H01J 37/32	(2006.01)
C30B 25/16	(2006.01)
C30B 29/04	(2006.01)
C23C 16/52	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.08.2013 PCT/SG2013/000377**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **06.03.2014 WO14035344**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.08.2013 E 13759886 (8)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.06.2017 EP 2890828**

54 Título: **Aparato y método de producción de diamantes**

30 Prioridad:

30.08.2012 US 201261695052 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

19.10.2017

73 Titular/es:

**IIA TECHNOLOGIES PTE. LTD. (100.0%)
65 Chulia Street N° 38-02/03 OCBC Centre
Singapore 049513, SG**

72 Inventor/es:

MISRA, DEVI SHANKER

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 638 166 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Aparato y método de producción de diamantes

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un aparato y un método de producción de diamantes y de realizar mediciones en tiempo real para el análisis *in situ* tiempo real del crecimiento del diamante *in situ*. En particular, la invención se refiere a un aparato y un método de producción de diamantes mediante deposición química de vapor mejorada por plasma de microondas (MPCVD) y la realización de mediciones en tiempo real para análisis del crecimiento de diamantes *in situ*.

Antecedentes

15 Los diamantes, tales como diamantes monocristalinos, tienen un gran potencial para una amplia gama de aplicaciones científicas, industriales y comerciales, tales como joyas, dispositivos de disipación de calor, dispositivos semiconductores, ventanas ópticas, guías de ondas electromagnéticas, detectores de partículas, dispositivos de computación cuántica y así sucesivamente. Puesto que la demanda comercial de diamantes monocristalinos ha aumentado en los últimos años, es esencial aumentar la producción de diamantes monocristalinos de grado científico y óptico sin comprometer la calidad de los diamantes monocristalinos. Sin embargo, los defectos, inclusiones, límites de granos microscópicos, otras orientaciones son defectos prominentes *que* se encuentran comúnmente en los diamantes monocristalinos que tienen que caracterizarse en detalle.

25 Existe un número de varios dispositivos y métodos de deposición química de vapor (CVD) utilizados para producir diamantes monocristalinos. Por ejemplo, el método deposición química de vapor mejorada por plasma de microondas (MPCVD) se puede utilizar para la producción de diamantes monocristalinos alta calidad. Actualmente, las propiedades de diamantes monocristalinos se caracterizan por diversos instrumentos de medición, tales como microscopio, espectroscopios y similares, después de la finalización del crecimiento del diamante. La estructura cristalina del diamante y *la* propiedad de la superficie de cristal del diamante se pueden medir por técnicas analíticas, tales como difracción de rayos X (XRD), difracción de electrones de alta energía de reflexión (RHEED), y similares. Sin embargo, este tipo de análisis *ex situ* solo podría realizarse cuando el diamante crecido se retira hacia fuera de la cámara de reacción *de* CVD. A pesar de que estos instrumentos de medición y técnicas analíticas pueden identificar defectos, contaminaciones e inclusiones en los diamantes, es difícil eliminarlos en los procesos posteriores.

35 Además, la temperatura del proceso de CVD requerido para el crecimiento diamante monocristalino es normalmente de 950 °C a 1000 °C *lo* que conduce a un calentamiento excesivo de la cúpula de cuarzo. La cúpula de cuarzo es incapaz de disipar de manera eficaz el calor generado en el régimen de reacción durante el crecimiento *del* diamante monocristalino. Por tanto, la temperatura de la cúpula de cuarzo se tiene que controlar en varios lugares para obtener una estimación de la temperatura media, lo que requiere una pluralidad de pirómetros en diferentes lugares. Además, como solo se proporciona enfriamiento por aire a la cúpula de cuarzo en un aparato de CVD convencional, la cúpula de cuarzo no se puede enfriar de manera eficaz para controlar su temperatura. La alta temperatura de la cúpula de cuarzo podría causar un mal funcionamiento de la junta tórica, lo da como resultado una fuga de gas contaminado en la cámara de reacción. En última instancia, la calidad del cristal de diamante crecido podría deteriorarse debido a la presencia de gases contaminantes en la cámara de reacción.

50 La patente de Estados Unidos n.º. 6.837.935 divulga un método de formación de una película de diamante y un aparato de formación de película. En concreto, se enseña el uso de espectroscopio para medir un espectro de la luz emitida desde la descarga de plasma. Sin embargo, no se sugiere ningún método para realizar la caracterización en la superficie de crecimiento del diamante *in situ*.

55 Existe la necesidad de proporcionar un análisis antes mencionado e identificar la imperfección en la etapa anterior. Un objetivo de la presente invención es proporcionar un dispositivo y método de obtención de caracterización en tiempo real de la superficie de crecimiento del diamante durante los procesos de producción sin interrumpir el proceso de producción. Más en particular, la caracterización de los defectos se puede hacer en tiempo real *in situ* durante el crecimiento del diamante en la cámara capaz de proceso *de* CVD de funcionamiento, de manera que el procedimiento de CVD se puede optimizar en el tiempo para mejorar el rendimiento de diamantes de alta calidad.

60 Otro objetivo de la presente invención es proporcionar una forma de régimen de reacción *de* enfriamiento y controlar con precisión la temperatura cámara de reacción.

Otros objetos y ventajas de la presente invención resultarán evidentes a partir de la siguiente descripción, tomada en conexión con los dibujos adjuntos, en los que, a modo de ilustración y *como* ejemplo, se describe una realización de la presente invención.

65

El documento JP H06 084 493 A divulga un dispositivo de observación de estructura fina.

El documento US 5 871 805 A divulga procesos de deposición de vapor controlados por ordenador. Mermoux *et al.* [DOI: 10.1016/0925-9635(94)05249-2] divulga el seguimiento Raman *in situ* del crecimiento de películas de diamante en reactores de CVD asistidos por plasma.

5 El documento WO 93/13242 A1 divulga la mejora de nucleación para la deposición química de vapor de diamante.

Sumario de la invención

La presente invención proporciona un aparato de acuerdo con en la reivindicación 1.

10

Breve descripción de los dibujos

La presente invención se puede entender más completamente por un experto en el estado de la técnica tras leer la siguiente descripción detallada de las realizaciones preferidas, con referencia a los dibujos adjuntos, en los que:

15

La Figura 1 ilustra un esquema de un aparato para producir diamantes de acuerdo con una primera realización de presente invención.

20

La Figura 2 ilustra un esquema de un aparato para producir diamantes de acuerdo con una segunda realización de presente invención.

La Figura 3 muestra la realización del análisis *in situ* y en tiempo real durante la producción de diamantes de acuerdo con una primera realización de la presente invención.

25

La Figura 4 muestra la realización de realizar análisis *in situ* y en tiempo real durante la producción de diamantes de acuerdo con otra realización de la presente invención.

La Figura 5 ilustra una vista superior de la cámara de reacción a lo largo de línea discontinua A-A en la Figura 4.

30

La Figura 6 ilustra un diagrama de flujo de proceso para un método de producción de diamantes y la realización del análisis *in situ* y en tiempo real de acuerdo con una realización preferida de la presente invención.

Descripción detallada

35

Las Figuras son esquemáticas y no están dibujadas a escala. En las Figuras, los elementos que corresponden a elementos ya descritos tienen los mismos números de referencia.

40

De acuerdo con un primer aspecto de la presente invención, se proporciona un aparato capaz de operar la deposición química de vapor para la producción de diamantes. El aparato comprende de un alojamiento que tiene una cámara de reacción estructuralmente conectada al alojamiento. La cámara de reacción comprende un espacio cerrado adaptado para alojar el crecimiento de diamantes en su interior.

45

Un medio de radiación se monta por encima de la cámara de reacción dentro del alojamiento. El medio de radiación se adapta para emitir microondas en la cámara de reacción para efectuar el crecimiento de diamantes dentro de la cámara de reacción.

50

La parte superior de la cámara de reacción está provista de una cubierta dieléctrica adaptada para permitir que las ondas de radiación del medio de radiación entren en la cámara de reacción y para permitir también que el medio de grabación (que se describirá más adelante) grabe una imagen y vídeo del crecimiento los diamantes dentro de la cámara de reacción.

Se señala que la descripción general de la Figura 1 será suficiente para describir los componentes que se denominan del mismo modo en las figuras 2 a 4.

55

La Figura ilustra una vista esquemática de un aparato 100 capaz de operar el proceso de deposición química de vapor (CVD) de acuerdo con una primera realización de la presente invención. El proceso de CVD incluye la deposición química de vapor por plasma de microondas (MPCVD) o cualquier otro proceso de CVD adecuado. Como se muestra, el aparato 100 consiste en un alojamiento 102 montado en la parte superior de una cámara de reacción 112.

60

La Figura 2 ilustra una vista esquemática de un aparato 100 capaz de operar el proceso de deposición química de vapor (CVD) de acuerdo con la segunda realización de la presente invención. El proceso de CVD incluye la deposición química de vapor por plasma de microondas (MPCVD) o cualquier otro proceso de CVD adecuado. Como se muestra, el aparato 100 consiste en un alojamiento que tiene una cámara de reacción 112 montada dentro del alojamiento 102.

65

El alojamiento puede tener la forma de un alojamiento anular 102 que tiene una pared lateral de metal cilíndrica.

5 En la primera realización como se muestra en la Figura 1, el alojamiento anular 102 se monta en la parte superior de la cámara de reacción 112. La cámara de reacción 112 se monta también en la parte superior de un soporte en forma de un soporte de placa base 104. El soporte de placa base 104 se acopla a la cámara de reacción 112 por medio de un anillo de estanqueidad 108, de modo que un ambiente de vacío se puede crear y mantener dentro de la cámara de reacción 112 durante el proceso de CVD.

10 En la segunda realización como se muestra en la Figura 2, el alojamiento anular 102 se monta en la parte superior de un soporte en forma de un soporte de placa base 104. La cámara de reacción 112 se monta dentro del alojamiento 102 de manera que el soporte de placa base 104 se acopla a la cámara de reacción 112 por medio de un anillo de estanqueidad 108, de modo que un ambiente de vacío se puede crear y mantener dentro de la cámara de reacción 112 durante el proceso de CVD.

15 Se señala que un ambiente de vacío es una de las condiciones para el cultivo de diamantes dentro de la cámara de reacción.

20 La cámara de reacción 112 forma parte de un espacio cerrado adaptado para alojar el crecimiento de diamantes en su interior. La parte superior de la cámara de reacción 112 es una cubierta dieléctrica en forma de cubierta de cuarzo 118. La cubierta de cuarzo 118 se adapta para permitir de las ondas de radiación del medio de radiación 106 entren en la cámara de reacción 112 y para permitir también que el dispositivo de grabación 116 grave el crecimiento de los diamantes dentro de la cámara de reacción 112.

25 El aparato 100 incluye un medio de radiación en forma de antena de microondas (también conocido como fuente de radiación de microondas) 106. Cuando está en uso, la antena de microondas 106 se acopla a la guía de ondas de microondas (no mostrada) con el fin de transmitir microondas en la cámara de reacción 112 para efectuar el crecimiento de diamantes dentro de la cámara de reacción 112. La guía de ondas de microondas se proporciona y adapta para transmitir y microondas directamente en el aparato 100 y, al mismo tiempo también para evitar que la fuente de microondas incurra en daños causados por una transmisión inversa excesiva de microondas. El generador de microondas (no mostrado) incluye un medio de magnetización en la forma de un magnetrón que está provisto para producir microondas con una potencia de salida de 6 kilovatios a una frecuencia de 2,45 GHz.

35 En la cámara de reacción 112, una plataforma de sustrato 110 se monta concéntricamente en su interior y se soporta por el soporte de placa base 104. Cuando está en uso, una pluralidad de semillas de diamante, se disponen en la plataforma de sustrato 110 directa o indirectamente sobre la misma. En la primera y segunda realizaciones, las semillas de diamante se pueden colocar directamente en la plataforma de sustrato 110 para el crecimiento de diamantes. En otra realización, el diamante se puede colocar primero sobre un soporte de molibdeno antes de que el soporte de molibdeno se coloque sobre la plataforma de sustrato 110 para el crecimiento de diamantes.

40 Una entrada de gas de reacción (no mostrado) se acopla a la cámara de reacción 112 para que proporcione una mezcla de gases de reacción en la cámara de reacción 112. La mezcla de gases de reacción se selecciona de, pero no se limita a, el grupo de gas hidrocarbonado, gas hidrógeno, gas nitrógeno, y gases que contienen otros agentes de dopado.

45 Cuando está en uso, las microondas transmitidas por la antena de microondas 106 entran en la cámara de reacción 112 al penetrar a través de la placa de cuarzo 118 y, posteriormente, excitan la mezcla de gases de reacción a fin de formar una descarga de plasma 114. Bajo condiciones adecuadas, el diamante crece en la superficie de las semillas de diamante en la descarga de plasma 114 definiendo una superficie de crecimiento. Como se ha descrito anteriormente, una de las condiciones es un ambiente de vacío creado y mantenido dentro de la cámara de reacción 50 112.

55 Una pluralidad de rebajes 112a se forma integralmente en la superficie exterior de la pared lateral de metal cilíndrica de la cámara de reacción 112a. En la primera y segunda realizaciones, el refrigerante fluido se puede proporcionar para fluir continuamente en los huecos a fin de eliminar eficazmente el calor generado dentro de la cámara de reacción 112. El refrigerante fluido puede ser aire, nitrógeno, gas inerte, agua o combinaciones de los mismos o cualquier otro refrigerante adecuado. En otra realización, el refrigerante fluido puede estar confinado en un tubo situado en los rebajes. El refrigerante fluido que fluye en los rebajes puede disipar el calor excesivo generado por la descarga de plasma a fin de mantener la temperatura en la cámara de reacción 112 dentro de un intervalo adecuado, dentro del que los anillos de estanqueidad 108 están funcionando eficazmente para mantener la presión de la cámara de reacción y para evitar también la entrada de gases contaminantes en la cámara de reacción 112 durante el crecimiento de diamantes. 60

65 La realización del análisis *in situ* y en tiempo real durante la producción de diamantes se puede hacer al proporcionar un medio de grabación, un microscopio y un mecanismo de medición, que se describirán más en detalle a continuación.

Un medio de grabación en la forma de un medio de alta fidelidad 116 se monta dentro del alojamiento anular 102 y por encima de la cámara de reacción 112, como se muestra en las Figuras 1 a 4. El medio de alta fidelidad 120 se adapta para inspeccionar ópticamente la descarga de plasma y la superficie de crecimiento del diamante durante el proceso de crecimiento del diamante. El medio de alta fidelidad incluye una cámara de alta fidelidad 120 montada en la parte superior del alojamiento anular 104 con el fin de capturar la vista superior de la descarga de plasma 114 y la superficie de crecimiento del diamante. La cámara de alta fidelidad 116 es capaz de grabar imágenes y videos de la superficie de crecimiento del diamante con la finalidad de estudiar el proceso de crecimiento del diamante.

La Figura 3 ilustra una vista esquemática del mecanismo de medición que se suministra y dispone en la periferia de la cámara de reacción 112 en una primera realización de la presente invención.

La Figura 3 ilustra también una vista superior de la cámara de reacción 112 que está provista de un mecanismo de medición a lo largo de la línea discontinua AA. Como se muestra en la Figura 3, una pluralidad de orificios de acceso (302a, 302b, 302c, 302d) se forman integralmente en la pared lateral de metal cilíndrica de la cámara de reacción 112.

Un mecanismo de medición se proporciona y se monta en la periferia de la cámara de reacción 112 en la proximidad del primer y tercer orificios de acceso (302a, 302c). El mecanismo de medición se compone de un medio de emisión de haces analíticos 122a y de un medio de recepción de haces analíticos 122b.

En una primera realización de la presente invención como se muestra en la Figura 3, el medio de emisión de haces analíticos puede estar en la forma de un cañón de electrones 122a. El cañón de electrones 122a se dispone fuera del primer orificio de acceso 302a para emitir electrones para golpear la superficie de crecimiento del diamante. En otra realización, el medio de emisión de haces analíticos puede ser uno o más instrumentos seleccionados entre el grupo de sondas Langmuire, microscopía de larga longitud de trabajo, espectroscopia (espectroscopia de fotoluminiscencia, espectroscopia de catodoluminiscencia, espectroscopia Raman, espectroscopia óptica y similares) y difracción de electrones de alta energía de reflexión (RHEED).

Un medio de recibir electrones en la forma de un detector 112b, por ejemplo, detector de pantalla de fósforo ZnS, se dispone fuera del tercer orificio de acceso 302c que es opuesto al primer orificio de acceso 302a para la recepción de los electrones difractados.

En la primera realización como se muestra en la Figura 3, el detector 112b se dispone en el lado exterior de la pared lateral de metal cilíndrica de la cámara de reacción 112. En la segunda realización como se muestra en la Figura 5, el detector 112b se dispone dentro de la pared lateral de metal cilíndrica de la cámara de reacción 112.

El mecanismo de medición se puede operar para recopilar información acerca de la superficie de crecimiento del diamante para que el análisis *in situ* y en tiempo real se pueda realizar mientras que el diamante se cultiva en la cámara de reacción 112 al mismo tiempo. Se afirma que una medición en tiempo real de la superficie de crecimiento del diamante durante los procesos de crecimiento de diamante se puede obtener de tal manera que el análisis *in situ* y en tiempo real se puede realizar *in situ*. Las características en tiempo real de superficie de crecimiento del diamante son útiles en la comprensión del mecanismo de crecimiento de diamantes.

La Figura 5 también ilustra una vista superior de la cámara de reacción 112 a lo largo de línea discontinua A-A. Una pluralidad de orificios de acceso (302a, 302b, 302c, 302d) se puede formar en la ubicación seleccionada en la pared lateral de metal cilíndrica de la cámara de reacción 112. Como se muestra en la Figura 5, hay cuatro orificios de acceso (302a, 302b, 302c, 302d) formados en la pared lateral 302 en la primera y segunda realizaciones de la presente invención. En otras realizaciones, cualquier otro número de orificios de acceso se puede formar en la pared de metal cilíndrica 302 dependiendo del análisis *in situ* y en tiempo real que se va a realizar.

Durante el análisis *in situ* y en tiempo real, el cañón de electrones 112a emite un haz de electrones que entran en la cámara de reacción 112 a través de uno de los orificios de acceso y golpea la superficie de crecimiento del diamante en un ángulo muy pequeño en relación con la superficie de crecimiento del diamante. Los electrones incidentes se difractan de átomos de carbono en la superficie de crecimiento del diamante, y una pequeña fracción de los electrones difractados interfieren constructivamente en ángulos específicos y forman patrones regulares sobre el detector. Los electrones interfieren de acuerdo con la posición de los átomos en la superficie de crecimiento del diamante, por lo que el patrón de difracción en el detector es una función de la superficie de crecimiento del diamante.

Como se muestra en la Figura 3, se proporciona un microscopio en forma de un microscopio de larga longitud de trabajo 304 y se dispone de forma adyacente fuera del segundo orificio de acceso 302b en la primera realización de la presente invención. El microscopio 304 se utiliza para observar la descarga de plasma 114 y recoger las imágenes de la superficie de crecimiento del diamante.

Otros instrumentos analíticos 306 se pueden disponer de forma adyacente fuera de un cuarto orificio de acceso 302d que es opuesto al segundo orificio de acceso 302b. El instrumento analítico incluye espectroscopio Raman y

XRD para la medición de la pureza de la capa crecida de diamante a través del cuarto orificio de acceso 302d y obtener espectro Raman basándose en los resultados de medición.

5 En otra realización de la presente invención, se proporciona un medio para ajustar la posición de las superficies de crecimiento de las semillas de diamante a lo largo del eje del alojamiento anular 104 en la plataforma de sustrato 110. El medio de ajuste (no mostrado) puede ser un actuador, un motor paso a paso y similares. El medio de ajuste se utiliza para mantener las superficies de crecimiento de las semillas de diamante en una posición, donde el haz de electrones desde el cañón de electrones 112a puede golpear siempre la superficie de crecimiento del diamante a lo largo de todo el proceso de síntesis de diamantes. Después del crecimiento del diamante durante un intervalo de tiempo específico, el espesor determinado, x μm , de diamante se ha aumentado. El medio de ajuste trae las superficies de crecimiento hacia abajo a lo largo de eje del alojamiento anular 104 para el mismo x μm de tal manera que el haz de electrones pueda golpear las superficies de crecimiento sin ningún ajuste sobre sí mismo. Se ha descubierto inesperadamente que un resultado del análisis *in situ* y en tiempo real más preciso se puede obtener con el método mencionado anteriormente.

15 De acuerdo con un segundo aspecto de la presente invención, se proporciona un método de producción de diamante y de realización del análisis *in situ* y en tiempo real de los mismos.

20 Un gráfico de flujo de proceso 600 se muestra en la Figura 6 de acuerdo con una realización preferida de la presente invención.

El proceso empieza en la etapa 602.

25 En la etapa 604, una pluralidad de semillas de diamante se dispone en el interior de la cámara de reacción 112. En la primera realización de la presente invención, la pluralidad de semillas de diamante se dispone en una plataforma de sustrato en la cámara de reacción 112. En otra realización, las semillas de diamante se pueden disponer sobre un soporte de sustrato de molibdeno primero antes de que el soporte de sustrato de molibdeno se coloque en la plataforma de sustrato 110.

30 Después de eso, en la etapa 606, el gas de hidrógeno se suministra a la cámara de reacción 112 y las microondas emitidas por la fuente de radiación de microondas 106 se dirigen a la misma para formar la descarga de plasma 114 con el fin de tratar la superficie superior de semillas de diamante.

35 En la etapa 608, la mezcla de gases de reacción se suministra a la cámara de reacción 112, en la que la mezcla de gases de reacción puede comprender gas hidrocarbonado, gas hidrógeno, gas nitrógeno, y gases que contienen otros agentes de dopado.

40 En la etapa 610, después de que un espesor de capa de diamantes predeterminado se cultiva en las semillas de diamante en la descarga de plasma, se mide un conjunto de características predefinidas de la capa de diamante crecida y el análisis *in situ* y en tiempo real se realiza basándose en los resultados de medición de la etapa 612.

Si se requiere, las condiciones de proceso se ajustan de acuerdo con los resultados del análisis *in situ* en la etapa 614.

45 El crecimiento de la capa de diamante continúa hasta que se consigue un espesor deseable en la etapa 616.

El proceso termina en la etapa 618.

50 Es evidente para una persona experta en la materia que muchas modificaciones, alternativas y variaciones se pueden hacer a la realización preferida de la presente invención como se ha descrito anteriormente sin apartarse del alcance de la presente invención. En consecuencia, se pretende abarcar todas las modificaciones, alternativas y variaciones que caen dentro del alcance de las reivindicaciones incluidas.

REIVINDICACIONES

1. Un aparato para producir diamantes y realizar un análisis *in situ* y en tiempo real, que comprende:

- 5 un alojamiento (102),
una cámara de reacción (112), estando la cámara de reacción (112) conectada estructuralmente al alojamiento (102), comprendiendo la cámara de reacción (112) un área cerrada adaptada para alojar el crecimiento de diamantes,
10 un medio de radiación (106), estando el medio de radiación (106) montado por encima de la cámara de reacción (112) dentro del alojamiento (102), el medio de radiación (106) adaptado para emitir microondas en la cámara de reacción (112) para efectuar el crecimiento de los diamantes dentro de la cámara de reacción (112),
un medio de grabación (116) montado por encima de la cámara de reacción (112),
15 una cubierta dieléctrica (118) proporcionada en la parte superior de la cámara de reacción (112) y dispuesta entre el área cerrada y el medio de radiación (106) y el medio de grabación (116) y que está adaptada para permitir que la onda de radiación del medio de radiación (106) entre en la cámara de reacción (112) y también para permitir que el medio de grabación (116) grabe el crecimiento de los diamantes dentro de la cámara de reacción (112),

caracterizado por que:

- 20 el medio de grabación (116) está montado dentro del alojamiento (102).
2. El aparato de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además:
- 25 un mecanismo de medición dispuesto en la periferia de la cámara de reacción (112) próximo a un primer y un tercer orificios de acceso (302a, 302c), comprendiendo el mecanismo de medición de un medio de emisión de haces analíticos en forma de un cañón de electrones (112a) y un medio de recepción de haces analíticos (112b), un microscopio (304) está colocado de forma adyacente en el exterior de un segundo orificio de acceso (302b) de la cámara de reacción.
- 30 3. El aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en el que el alojamiento (102) está montado en la parte superior de la cámara de reacción (112), la cámara de reacción (112) está montada en la parte superior de un soporte (104) que está en la forma de un soporte de placa base, el soporte (104) está acoplado a la cámara de reacción (112) por medio de un anillo de estanqueidad (108).
- 35 4. El aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en el que la cámara de reacción (112) está montada dentro del alojamiento (102) que está montado en la parte superior de un soporte (104), el soporte (104) está acoplado a la cámara de reacción por medio de un anillo de estanqueidad (108).
- 40 5. El aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la cubierta dieléctrica (118) está en la forma de la cubierta de cuarzo.
6. El aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el medio de radiación (106) está en forma de una antena de microondas.
- 45 7. El aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la cámara de reacción está provista de una plataforma de sustrato (110) montada concéntricamente en la misma, la plataforma de sustrato (110) está soportada por el soporte (104).
- 50 8. El aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 7, en el que la cámara de reacción (112) comprende la pared lateral de metal cilíndrica, una pluralidad de rebajes (112a) que se forman integralmente en la superficie exterior de la pared lateral de metal cilíndrica y cuatro orificios de acceso (302a, 302b, 302c, 302d) que están formados en la ubicación seleccionada en la pared lateral de metal cilíndrica.
- 55 9. El aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el alojamiento (102) está en la forma de carcasa anular que tiene una pared lateral de metal cilíndrica.
10. El aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el medio de grabación (116) está en forma de una cámara de alta fidelidad.
- 60 11. El aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 10, que comprende además un instrumento analítico (306) dispuesto de forma adyacente en el exterior del cuarto orificio de acceso (302d) del aparato, el instrumento analítico (206) incluye un espectroscopio Raman y XRD.
- 65 12. El aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 10, en el que la plataforma de sustrato (110) que comprende además un medio de ajuste para ajustar la posición de las superficies de crecimiento de las

semillas de diamante a lo largo del eje del alojamiento anular, con lo que el medio de ajuste puede estar en la forma de un actuador, un motor de paso y similares.

13. Un método de producción de diamantes y realización del análisis *in situ* y en tiempo real, que comprende:

- 5 proporcionar un aparato de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 12,
colocar una pluralidad de semillas de diamante dentro de la cámara de reacción (112),
suministrar gas de hidrógeno en la cámara de reacción (112),
10 dirigir las microondas emitidas por el medio de radiación a través de la cubierta dieléctrica en la cámara de
reacción (112) para formar descarga de plasma,
suministrar una mezcla de gases de reacción en la cámara de reacción (112),
hacer crecer los diamantes hasta un espesor predeterminado,
grabar el crecimiento de los diamantes dentro de la cámara de reacción con el medio de grabación (116) a través
15 de la cubierta dieléctrica (118),
medir un conjunto de características predefinidas de la capa de diamante crecida,
realizar el análisis *in situ* y en tiempo real basándose en el resultado de la medición,
ajustar las condiciones del proceso de acuerdo con el resultado del análisis *in situ*,
hacer crecer el diamante hasta que se consigue un espesor deseable.

20 14. El método de acuerdo con la reivindicación 13, en el que la pluralidad de semillas de diamante están colocadas
sobre un sustrato en la cámara de reacción (112).

25 15. El método de acuerdo con la reivindicación 13, en el que la pluralidad de semillas de diamante están colocadas
primero sobre un soporte de sustrato de molibdeno antes de que el soporte de sustrato de molibdeno se coloque en
la plataforma de sustrato (110).

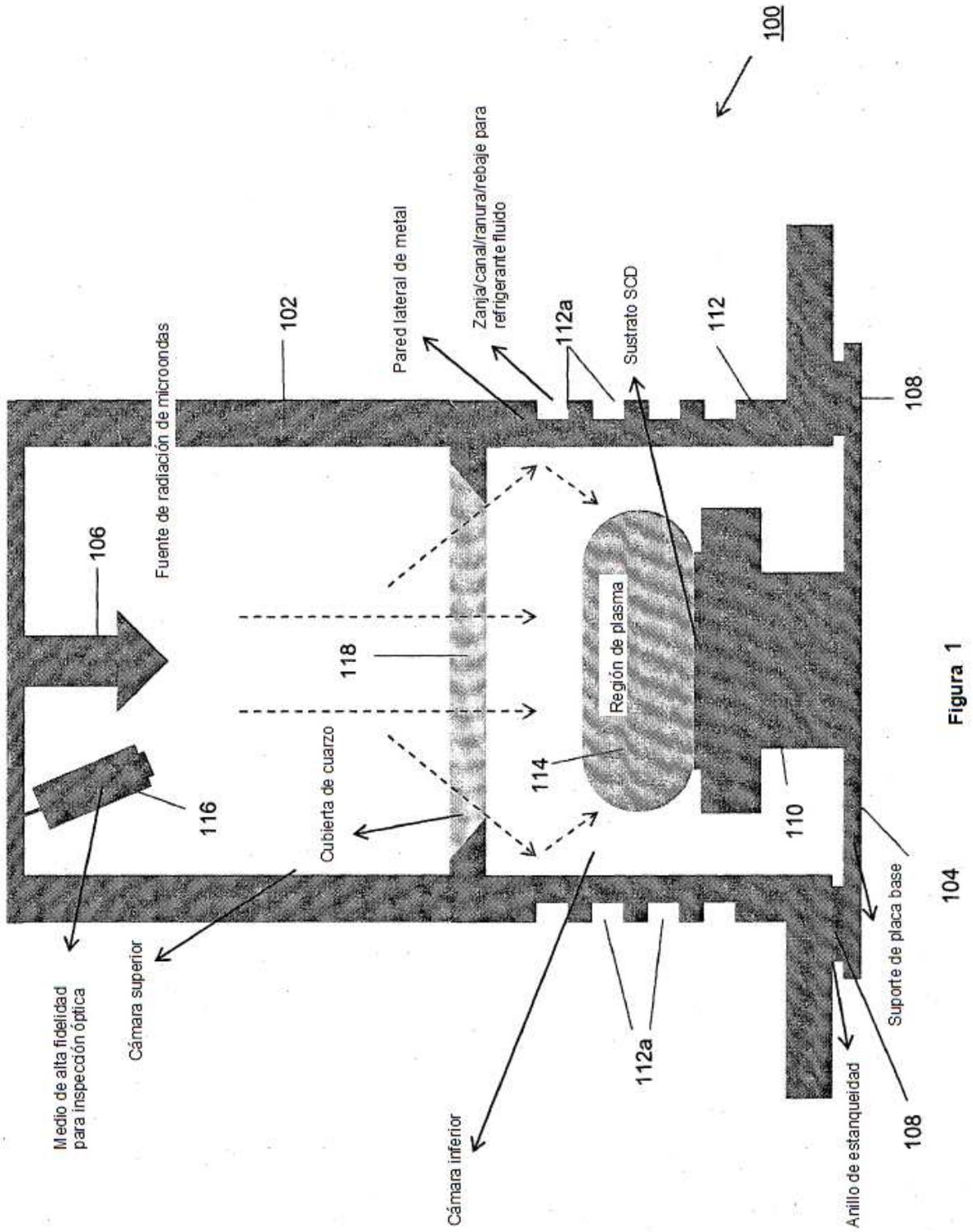


Figura 1

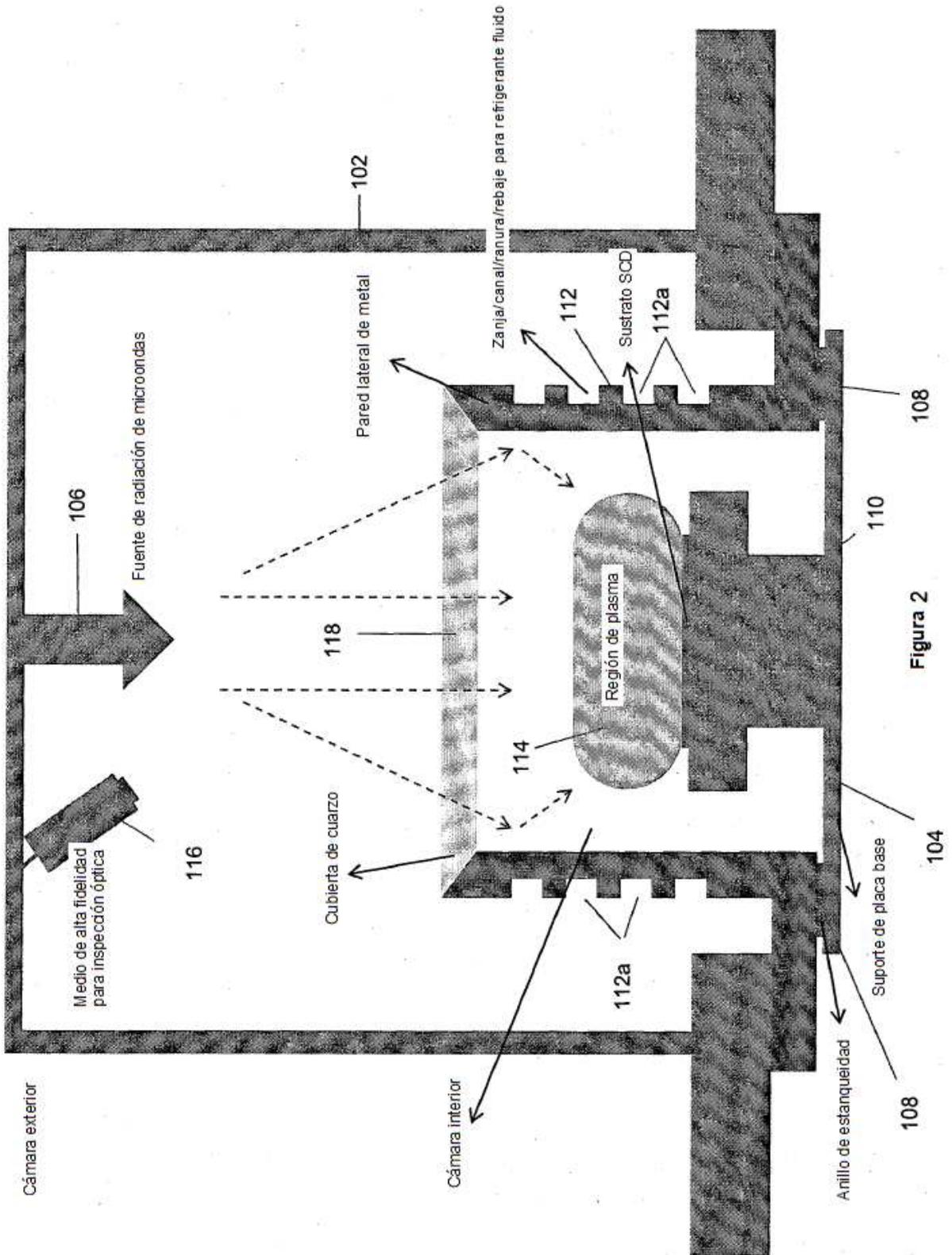


Figura 2

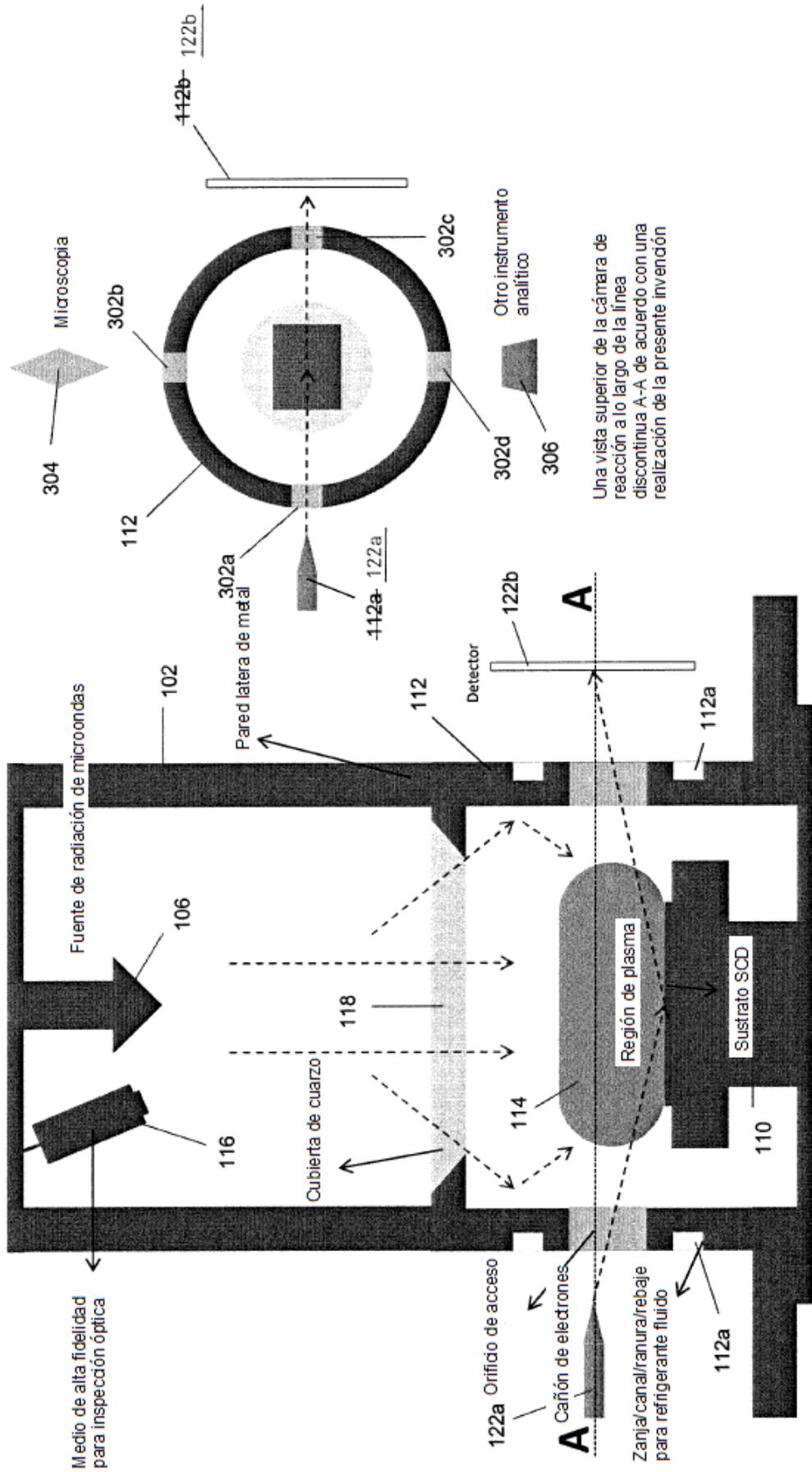


Figura 3

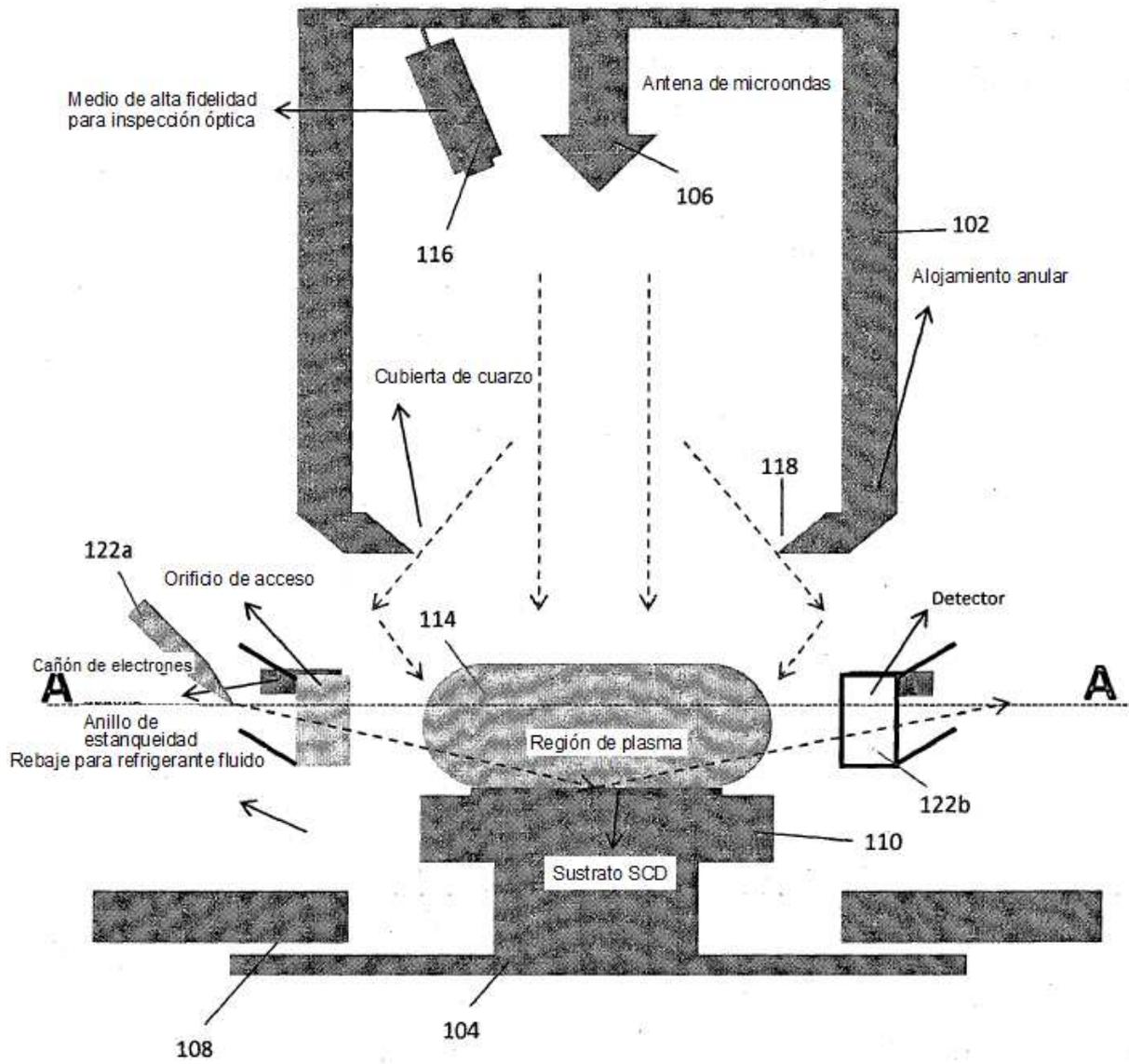


Figura 4

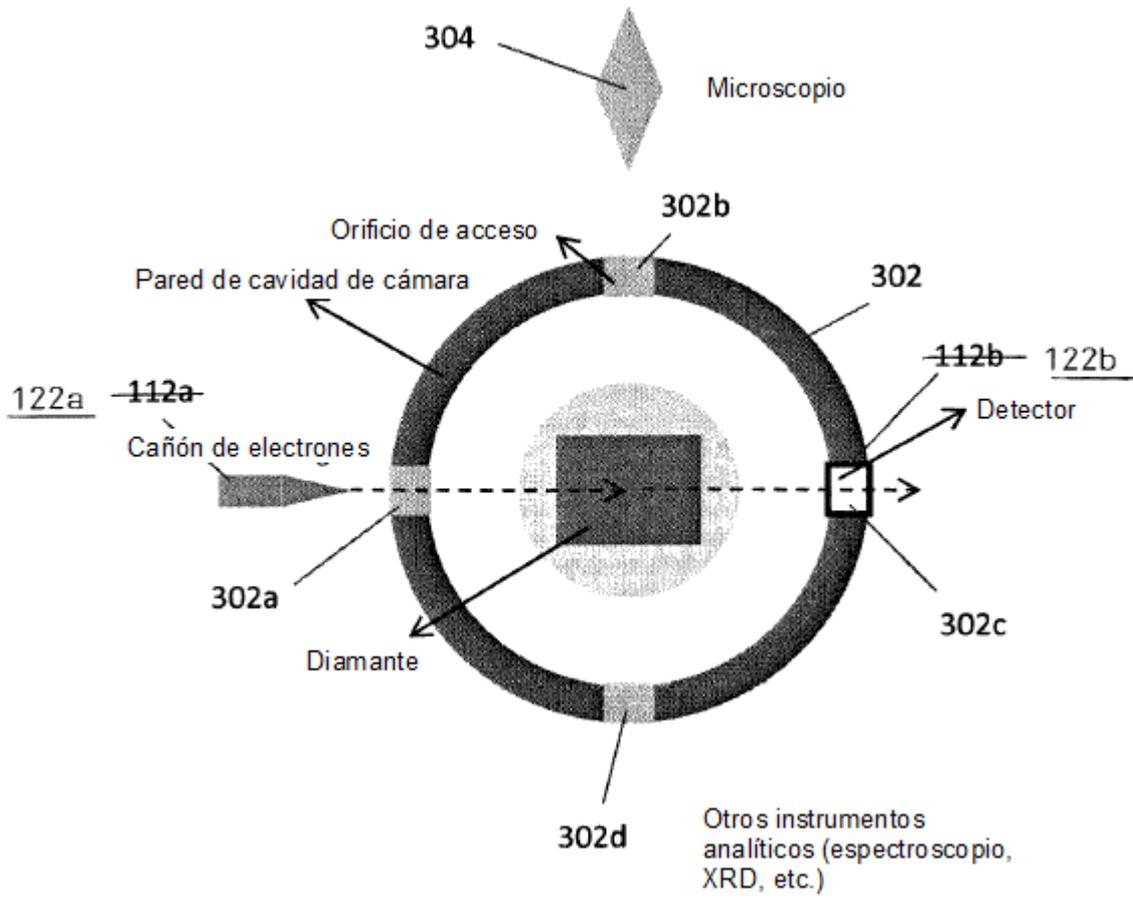


Figura 5

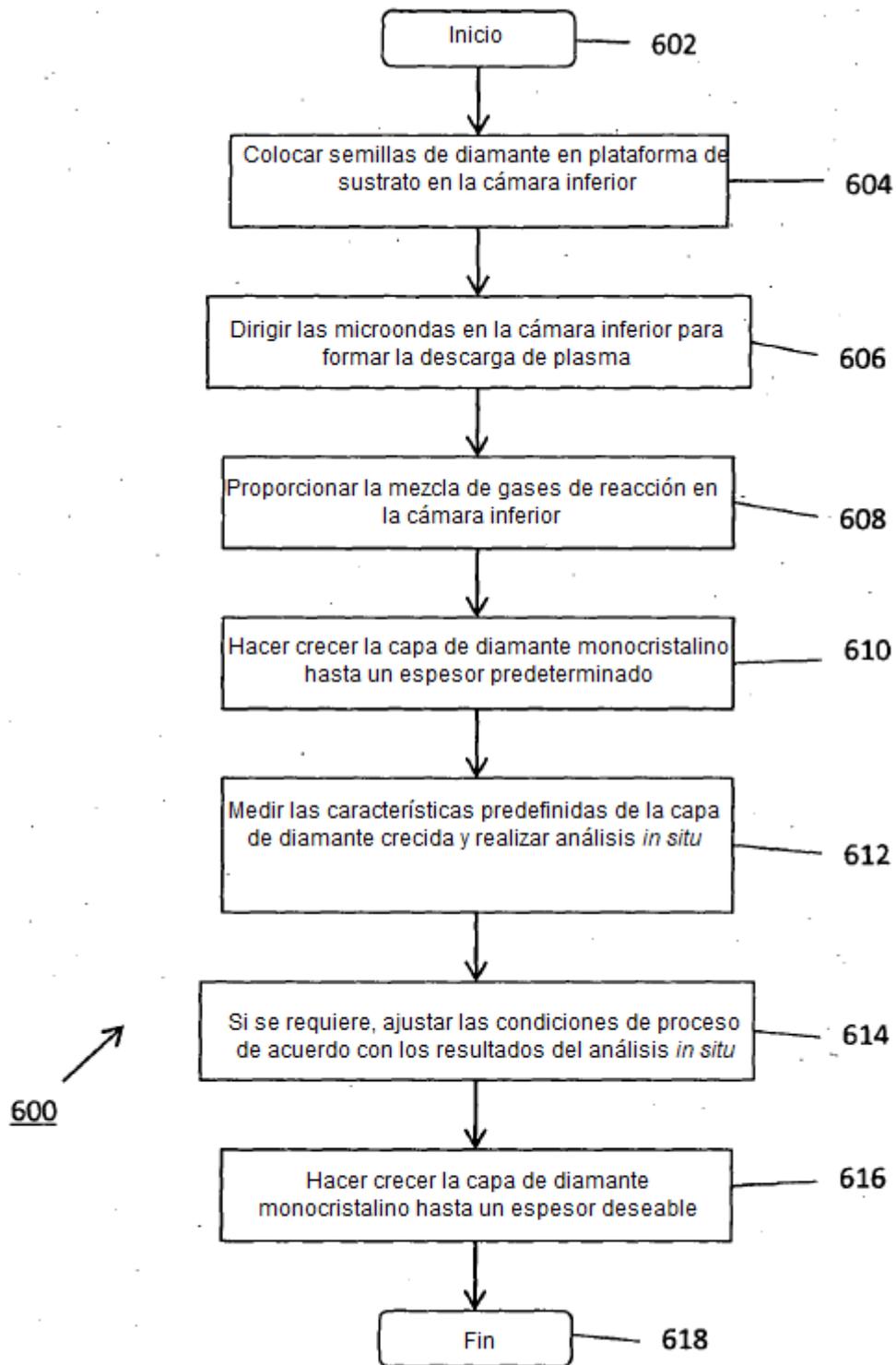


Figura 6