

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 777 627**

51 Int. Cl.:

B21C 3/02 (2006.01)

C23C 16/27 (2006.01)

C30B 29/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.07.2016 PCT/JP2016/071600**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.01.2017 WO17014309**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.07.2016 E 16827869 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.02.2020 EP 3326729**

54 Título: **Matriz de embutir de diamante**

30 Prioridad:

22.07.2015 JP 2015145027

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

05.08.2020

73 Titular/es:

SUMITOMO ELECTRIC HARDMETAL CORP. (33.3%)

1-1, Koyakita 1-chome

Itami-shi, Hyogo 664-0016, JP;

SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD. (33.3%)

y

A.L.M.T. CORP. (33.3%)

72 Inventor/es:

YUKAWA, MAKOTO;

SUEMITSU, BUNYA;

KINOSHITA, TAKUYA;

SUMIMOTO, SHIGETOSHI;

KOBAYASHI, YUTAKA;

UEDA, AKIHIKO;

TATSUMI, NATSUO;

NISHIBAYASHI, YOSHIKI y

SUMIYA, HITOSHI

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 777 627 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

Matriz de embutir de diamante

5 **Campo técnico**

La presente solicitud reivindica prioridad sobre la base de la solicitud de patente japonesa n.º 2015-145027 presentada el 22 de julio de 2015. La presente invención se refiere a una matriz de diamante.

10 **Técnica antecedente**

De manera convencional, las matrices se desvelan en los documentos de patente 1 a 4. El documento EP 1599621 A1 se refiere a un componente de desgaste que comprende un diamante monocristalino. El documento US 5560241 A se refiere a un diamante sintético monocristalino para matrices de trefilado. El documento JP 2002 102 917 A se refiere a una matriz de diamante. El documento EP 1957689 A2 se refiere a diamante sintético de alta calidad cristalina.

Lista de citas

20 **Documentos de patente**

PTD 1: publicación de patente japonesa abierta a consulta por el público N.º 2002-102917
PTD 2: publicación de patente japonesa abierta a consulta por el público N.º 4-127913
PTD 3: publicación de patente japonesa abierta a consulta por el público N.º 6-170435
25 PTD 4: Publicación de patente nacional japonesa N.º 2006-518699

Sumario de la invención

Problema técnico

30 Una matriz de diamante de acuerdo con una realización de la presente divulgación incluye un diamante provisto de un agujero para trefilar un material de alambre, siendo el diamante un diamante monocristalino de CVD, estando un eje del agujero inclinado en relación con una dirección normal de un plano de cristal del diamante.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es una vista en planta de una matriz de diamante de acuerdo con una realización de la presente invención.

40 La figura 2 es una vista en sección transversal a lo largo de una línea II-II en la figura 1.

La figura 3 es una vista en sección transversal ampliada que muestra un diamante en la figura 2.

La figura 4 muestra un defecto del cristal de un diamante monocristalino 20.

45 La figura 5 muestra defectos cristalinos de un cristal simiente de diamante 10 y un diamante monocristalino 20.

La figura 6 muestra defectos cristalinos del cristal simiente de diamante 10 y el diamante monocristalino 20.

50 La figura 7 muestra defectos cristalinos del cristal simiente de diamante 10 y el diamante monocristalino 20.

La figura 8 es una vista en perspectiva que muestra una disposición de planos de cristal.

La figura 9 es una vista en perspectiva de un diamante monocristalino 20 para ilustrar una superficie de corte 201.

55 La figura 10 es una vista en planta del diamante monocristalino 20 para ilustrar la superficie de corte 201.

La figura 11 es un gráfico que muestra los cambios de los diámetros de los agujeros con respecto a las distancias de trefilado cuando el trefilado se realiza utilizando un producto de una matriz de diamante de la presente invención y un producto comparativo de una matriz de diamante.

60 La figura 12 es un gráfico que muestra las cantidades de desgaste cuando el trefilado se realiza utilizando el producto de la matriz de diamante de la presente invención y el producto comparativo de la matriz de diamante.

65 La figura 13 es un gráfico que muestra un cambio en la cantidad de desgaste con respecto a una inclinación

relativa a un plano (110) en el producto de la matriz de diamante de la presente invención.

La figura 14 es una vista en perspectiva de un diamante monocristalino 20 para ilustrar una superficie de corte 202.

La figura 15 es una vista en planta de un diamante monocristalino 20 para ilustrar una superficie de corte 202.

La figura 16 es una vista en perspectiva de un diamante monocristalino 20 para ilustrar una superficie de corte 203.

La figura 17 es una vista en perspectiva de un diamante monocristalino 20 para ilustrar una superficie de corte 203.

Descripción de las realizaciones

[Problema que se ha de resolver mediante la presente divulgación]

El documento de patente 1 describe una matriz que emplea un diamante monocristalino. En el caso de que se use un diamante natural como el diamante monocristalino, un material de diamante natural de alta calidad no ha estado disponible de manera estable en los últimos años, desventajosamente. Por consiguiente, se considera el uso de un diamante artificial, tal como un diamante de síntesis de alta temperatura/alta presión; sin embargo, una matriz de diamante que emplea un diamante artificial de este tipo se desgasta mucho más en su agujero que la matriz de diamante que emplea el diamante natural, dependiendo de un material de alambre a estirar. Esto puede llevar a una vida corta de los mismos. Por otra parte, en el caso de la matriz de diamante monocristalino, dependiendo de una configuración de orientación del cristal, se facilita el desgaste en el agujero o es más probable que ocurra un desgaste parcial en el mismo. La aparición de tales fenómenos puede conducir a la corta vida de la matriz.

Mientras tanto, también hay una matriz de diamante que emplea un material sinterizado de diamante que es un diamante policristalino; sin embargo, en este caso, la rugosidad de la superficie de un material de alambre se deteriora en comparación con el caso del uso de una matriz que emplea un diamante monocristalino. Por lo tanto, actualmente, esta matriz de diamante que emplea un material sinterizado de diamante apenas se usa en un campo que requiere calidad de materiales de alambre.

Para resolver tal problema, se ha considerado el uso de matrices de diamante que emplean diamantes de CVD descritos en los documentos de patente 2 a 4.

Sin embargo, el uso de cada una de las matrices de diamante descritas en los documentos de patente 2 a 4 no garantiza obtener fácilmente una matriz de diamante que tenga una larga vida y que permita una excelente rugosidad de la superficie de un material de alambre estirado. Por otra parte, El documento de patente 3 muestra una forma de agujero de ejemplo, que no es necesariamente una forma preferente.

Por otra parte, en el documento de patente 4, la superficie interna de la matriz, es decir, la superficie del agujero es una superficie de desgaste. Se describe que para reducir la tasa de desgaste de la superficie de desgaste, esta superficie está configurada para tener varios planos de cristal, tal como un plano (100), un plano (113), un plano (111) y un plano (110). En el caso de una matriz general provista de un agujero que tiene una forma de sección transversal circular, un estado de desgaste cambia dependiendo de un plano de cristal establecido como se ha descrito anteriormente. Por consiguiente, se considera que el desgaste no puede reducirse de manera estable, lo que puede causar problemas tales como una rugosidad de la superficie deteriorada del material de alambre o la desconexión del mismo durante el trefilado debido a la eliminación de una parte en el agujero.

A partir de la descripción anterior, la presente divulgación es proponer una matriz de diamante que puede mejorar la calidad de un material de alambre y evitar la desconexión del mismo durante el trefilado al aumentar de forma estable la vida de una matriz de diamante de alta precisión.

[Descripción de las realizaciones de la presente invención]

En primer lugar, se enumeran y describen realizaciones de la invención de la presente solicitud.

Una matriz de diamante de acuerdo con una realización de la presente divulgación es de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2.

Dado que el eje del agujero formado en el diamante está inclinado en relación con la dirección normal del plano de cristal del diamante, un plano de escisión está inclinado en relación con la tensión aplicada desde el material de alambre a la porción de reducción o la porción de soporte en la dirección axial del agujero durante el trefilado, con el resultado de que es menos probable que el diamante se corte y es menos probable que se elimine una porción en el agujero.

5 El efecto descrito anteriormente se vuelve notable cuando el eje del agujero formado en el diamante está inclinado en relación con la dirección normal del plano de cristal del diamante en $0,1^\circ$ a 15° , preferentemente de 1° a 8° , más preferentemente de 1° a 5° . Por otra parte, dado que el control para inclinar el plano del cristal se puede realizar fácilmente usando el material de diamante monocristalino de CVD, se obtiene un efecto que no se puede obtener usando un diamante natural o un diamante de síntesis a alta temperatura/alta presión.

10 A continuación se describe una razón por la cual el control para inclinar el plano de cristal se puede realizar fácilmente utilizando el material de diamante monocristalino de CVD.

Normalmente se obtiene un material de diamante monocristalino de CVD realizando un crecimiento homoepitaxial sobre un sustrato base compuesto por un diamante monocristalino y, después, eliminando el sustrato base.

15 El diamante monocristalino puede ser un diamante monocristalino natural o un diamante monocristalino producido por el método de síntesis de alta temperatura/alta presión (HPHT) o un método de deposición química de vapor (CVD). Por otra parte, los tipos de diamantes monocristalinos se distinguen según los estados de mezcla de nitrógeno, que es una impureza en los diamantes monocristalinos. Para el sustrato base, se puede utilizar cualquier tipo de diamante monocristalino, tal como el tipo Ia, el tipo Ib, el tipo IIa o el tipo IIb. Los ejemplos del método de crecimiento homoepitaxial incluyen un método de CVD por plasma de microondas, un método de CVD de filamento caliente, un método de CVD en plasma con descarga de corriente continua, un método de CVD de chorro de descarga de arco, un método de CVD de plasma de alta frecuencia y similares, cualquiera de los cuales se puede utilizar para ello. Para la eliminación del sustrato base, se puede utilizar un método de procesamiento de corte que emplea láser.

25 En el crecimiento homoepitaxial, la orientación del plano del cristal del sustrato base es uno de los factores que determina la calidad del material de diamante monocristalino de CVD obtenido. El plano (100) es un plano de cristal del sustrato base que permite el crecimiento en alta calidad; sin embargo, el crecimiento no necesariamente tiene que realizarse usando el plano (100). Hay un plano de cristal apropiado que depende del caudal de gas, una temperatura del sustrato base y otras condiciones de crecimiento. Para el plano, se utiliza un plano fuera que está inclinado en un ángulo menor o igual a 20° con respecto al plano (100).

30 Por lo tanto, cuando se usa el sustrato base en el que se controla la orientación del plano de cristal con precisión como se ha descrito anteriormente, la orientación cristalina del diamante monocristalino de CVD obtenido por el crecimiento homoepitaxial puede reconocerse fácilmente, facilitando así el control para inclinar el plano de cristal también en el mecanizado para la matriz de diamante.

35 En una realización de la invención de la presente solicitud, las superficies superior e inferior del diamante son superficies inclinadas en relación con un plano (110) de $0,1^\circ$ a 15° . Las superficies superior e inferior se refieren a la superficie superior y la superficie inferior del diamante y el agujero de la matriz se extiende desde la superficie superior a la superficie inferior.

40 Al emplear la superficie inclinada de este modo, es menos probable que se produzca un desgaste parcial en el agujero y es menos probable que se deteriore la redondez, mejorando así una vida. Las superficies superior e inferior del diamante están inclinadas con respecto al plano (110) preferentemente de 1° a 8° y, más preferentemente, de 1° a 5° .

En una realización alternativa, las superficies superior e inferior del diamante son superficies inclinadas en relación con un plano (100) de $0,1^\circ$ a 15° .

50 Al emplear la superficie inclinada de este modo, es menos probable que se produzca un desgaste parcial en el agujero y es menos probable que se deteriore la redondez, mejorando así una vida. Las superficies superior e inferior del diamante están inclinadas con respecto al plano (100) preferentemente de 1° a 8° y, más preferentemente, de 1° a 5° .

55 En un ejemplo de referencia, preferentemente, las superficies superior e inferior del diamante son superficies inclinadas en relación con un plano (111) de $0,1^\circ$ a 15° .

60 Al emplear tal orientación del plano de cristal, el desgaste en el agujero se suprime mientras se mantiene el estado en el que es menos probable que ocurra un desgaste parcial, obteniendo así un efecto en el que es menos probable que se incremente el diámetro del agujero. Las superficies superior e inferior del diamante están inclinadas con respecto al plano (111) más preferentemente de 1° a 8° y, más preferentemente, de 1° a 5° .

65 Preferentemente, el agujero incluye una porción de reducción, una porción de soporte que tiene un diámetro D, una porción de alivio posterior y una porción de salida en una dirección desde un lado corriente arriba hacia un lado corriente abajo del flujo del material de alambre para definir el agujero, y una longitud de la porción de soporte es mayor o igual a $0,4D$ y menor o igual a $1,5D$ en forma de agujero en una sección transversal a lo largo del eje del

agujero.

5 Al aumentar la porción de soporte para que sea más larga que eso en un caso normal de esta manera, es menos probable que se produzca desgaste incluso en la matriz compuesta por el material de la invención de la presente solicitud y que tiene la forma de la invención de la presente solicitud, por lo que se mejora la resistencia al desgaste en el agujero, es menos probable que se modifique la redondez y es menos probable que se elimine una parte de la porción de soporte.

10 Preferentemente, el diámetro D es inferior a 50 μm y una forma de sección transversal del agujero desde la porción de alivio posterior a la porción de salida es una forma curva rebajada.

Tal forma del agujero facilita la descarga de virutas durante el trefilado, evitando así el desgaste parcial y la aparición de fallos en la superficie del alambre debido a que la viruta queda atrapada en su interior.

15 Preferentemente, la matriz de diamante se usa con una relación de reducción de área mayor o igual al 8 % y menor o igual al 25 % durante el trefilado.

20 La relación de reducción de área se establece en mayor o igual al 8 % porque se requiere realizar un trefilado eficientemente con la forma del agujero descrita anteriormente y la relación de reducción de área se establece en menor o igual al 25 % para evitar la desconexión del cable debido a que la resistencia se vuelve demasiado grande durante el trefilado. Realizando el trefilado con la relación de reducción de área anterior, la resistencia se suprime eficazmente durante el trefilado utilizando la matriz de diamante provista con el agujero que tiene la forma descrita anteriormente, logrando así una vida útil prolongada del mismo y evitando su desconexión durante el trefilado.

25 Preferentemente, la matriz de diamante se usa para estirar cualquiera de los alambres de metal o alambres en los que se proporcionan varios tipos de metalizado a los alambres de metal, incluyendo los alambres de metal un alambre de metal a base de cobre, un alambre de metal a base de hierro, un alambre de oro, un alambre de plata, un alambre de latón, un alambre de aluminio, un alambre de aleación de aluminio y un alambre de tungsteno.

30 En el trefilado de dicho material de alambre, el uso de la matriz de diamante descrita anteriormente puede conducir a una tasa de desgaste lenta, supresión efectiva del desgaste parcial y una vida útil prolongada del mismo, mientras que el material de alambre estirado se puede terminar para que tenga una calidad alta.

35 Para exhibir efectivamente tales características de la matriz de diamante, es preferible utilizar un diamante monocristalino de CVD que tenga las siguientes características. En el diamante monocristalino, en una imagen de topografía de rayos X para una superficie principal de crecimiento cristalino del diamante monocristalino, se reúne un grupo de puntos de defectos del cristal, siendo cada uno de los puntos de defecto del cristal un punto terminal de una línea de defecto del cristal que alcanza la superficie principal del crecimiento del cristal, representando la línea de defecto del cristal una línea en la que existe un defecto cristalino.

40 El plano de cristal del diamante es uno de un plano (110) (presente invención), un plano (100) (presente invención) y un plano (111) (ejemplo de referencia). En este caso, es posible suprimir el desgaste de la matriz de diamante de forma segura.

45 Según la matriz de diamante de la invención de la presente solicitud, la vida útil del mismo y la calidad del material de alambre trefilado pueden mejorarse sin aumentar el coste de la matriz de diamante, permitiendo así un trefilado en el cual es menos probable que ocurra la desconexión.

50 A continuación se describe una realización de acuerdo con un aspecto de la invención de la presente solicitud con referencia a las figuras.

55 La figura 1 es una vista en planta de una matriz de diamante según la realización de la presente invención. La figura 2 es una vista en sección transversal a lo largo de una línea II-II en la figura 1. Con referencia a la figura 1 y la figura 2, una matriz de diamante 4 incluye: un diamante 1 ubicado en el centro de la matriz de diamante 4; una aleación sinterizada 2 provista alrededor del diamante 1 para contener el diamante 1; y una caja 3 que contiene aleación sinterizada 2.

60 El diamante 1 se fija y se acopla a la aleación sinterizada 2. El diamante 1 es un material monocristalino de diamante compuesto por un diamante de CVD sintetizado por deposición química de vapor y está pulido para que tenga una forma de placa con cierto espesor.

65 La figura 3 es una vista en sección transversal ampliada que muestra el diamante en la figura 2. Con referencia a la figura 3, el diamante 1 tiene una entrada 11 y una salida 12, y está provisto de un agujero 14 que se extiende desde la entrada 11 hasta la salida 12. Adicionalmente, desde el lado de entrada 11, el diamante 1 tiene una porción de campana 1a, una porción de aproximación 1b, una porción de reducción 1c, una porción de soporte 1d, una porción de alivio posterior 1e, y una porción de salida 1f. El agujero 14 provisto en el diamante 1 permite insertar un material

de alambre desde el lado de la entrada 11 y arrastrarlo hacia el lado de la salida 12.

La inclinación de una pared lateral 13 se cambia gradualmente con respecto a un eje 15 que sirve como eje central. Cabe señalar que en la sección transversal que se muestra en la Figura 3, el agujero 14 está configurado para tener una forma simétrica con respecto al eje 15. El diámetro del agujero se hace más pequeño a medida que se acerca a la porción de soporte 1d. Adicionalmente, la inclinación de la pared lateral 13 que define el agujero 14 se hace más pequeña a medida que se acerca a la porción de soporte 1d, y un ángulo entre la pared lateral 13 y el eje 15 se hace más pequeña a medida que se acerca a la porción de soporte 1d. Una superficie curva que constituye una porción límite entre la porción de soporte 1d y la porción de reducción 1c está constituida por una combinación de curvas suaves. Suponiendo que el diámetro interno del agujero 14 en la porción de soporte 1d es D, la longitud de la porción de soporte es mayor o igual a $0,4D$ y menor o igual a $1,5D$ en una sección transversal (sección transversal en la Figura 2) que aparece cuando la matriz de diamante 4 se corta a lo largo de un plano que incluye el eje 15 y paralelo al eje 15. La porción de alivio posterior 1e se proporciona para que sea continua a la porción de soporte 1d y tenga un diámetro de agujero más grande. Adicionalmente, en el lado de salida 12, se proporciona la porción de salida 1f para que tenga una forma curva rebajada.

En el diamante 1, se proporciona una superficie superior 5 perpendicular al eje 15 en el lado de entrada 11, y una superficie inferior 6 perpendicular al eje 15 en el lado de salida 12. Cada una de la superficie superior 5 y la superficie inferior 6 está constituida por un plano inclinado con respecto a un plano (110) de $0,1^\circ$ a 15° . Una orientación de cristal en la dirección del eje 15 es una orientación con un ángulo de $0,1^\circ$ a 15° con respecto a una dirección $\langle 110 \rangle$. El agujero 14 se extiende desde la superficie superior 5 hasta la superficie inferior 6.

Cuando se aplica tensión en una dirección paralela al plano de cristal del diamante, es probable que se produzca una escisión en el plano del cristal; sin embargo, cuando la dirección en la que se aplica la tensión está inclinada solo $0,1^\circ$ con relación al plano del cristal, es menos probable que se produzca escisión.

En el caso de la matriz, se aplica tensión en la dirección axial a la porción de soporte y una porción de la porción de reducción con la cual el material del alambre se pone en contacto por primera vez durante el trefilado. En la porción de reducción, se aplica tensión en el contacto de la línea. En la porción de soporte, se aplica tensión en el contacto de la superficie.

La porción de soporte es una superficie paralela a la dirección axial. Si esta superficie es paralela al plano del cristal, el plano (111), que es probable que cause escisión, aparece como puntos débiles en cuatro ubicaciones en simetría especular y simetría de rotación doble (en el caso en que la dirección axial corresponde a $\langle 110 \rangle$), tres ubicaciones en la simetría de rotación triple (en el caso donde la dirección axial corresponde a $\langle 111 \rangle$), o cuatro ubicaciones en simetría de rotación cuádruple (en el caso en el que la dirección axial corresponde a $\langle 100 \rangle$). Cuando está en ángulo de solo $0,1^\circ$, esta simetría se rompe para reducir el número total de puntos débiles, reduciendo así extremadamente la probabilidad de que se produzca tensión máxima en el plano de escisión. Por consiguiente, es menos probable que se produzca escisión. Adicionalmente, cuando el plano de cristal es paralelo al mismo, los puntos débiles están ubicados en ubicaciones correspondientes a la dirección axial; sin embargo, cuando está en ángulo de solo $0,1^\circ$, los puntos débiles se desvían mucho hacia adelante y hacia atrás (se desvían más a medida que la curvatura en una dirección radial es más pequeña y la desviación se vuelve comparable a la longitud del soporte). Por consiguiente, es más probable que los puntos de tensión máxima se desvíen de los puntos débiles. Se descubrió que este efecto era beneficioso hasta el punto de compensar la asimetría del desgaste. En particular, cuando la dirección axial del agujero corresponde a la dirección $\langle 110 \rangle$, es probable que un vector en la dirección de tensión coincida con el plano de escisión (111), por lo que el efecto se hace más grande. Por otra parte, como la superficie del material de alambre se pone en contacto con la superficie de soporte en la porción de soporte, la tensión se vuelve muy grande.

Por tanto, cuando la porción de soporte de la matriz está inclinada solo $0,1^\circ$ con relación al plano del cristal, el efecto de prevenir la escisión aumenta espectacularmente.

La matriz de diamante anterior se utiliza con el diámetro del material de alambre seleccionado para lograr una relación de reducción de área mayor o igual al 8 % y menor o igual al 25 %. Por otra parte, la matriz de diamante se utiliza para trefilado de alambres de metal, alambres en los que se proporcionan varios tipos de placas metálicas a los alambres metálicos, o similares. Los ejemplos de los alambres metálicos incluyen un alambre de metal a base de cobre, un alambre de metal a base de hierro, un alambre de oro, un alambre de plata, un alambre de latón, un alambre de aluminio, un alambre de aleación de aluminio y un alambre de tungsteno.

La matriz de diamante descrita anteriormente proporciona el efecto cuando se estiran varios tipos de materiales de alambre que tienen diámetros de alambre de aproximadamente $10 \mu\text{m}$ a $500 \mu\text{m}$.

El diamante monocristalino según la realización de la invención de la presente solicitud se configura, preferentemente, como sigue. Esto es, en una imagen de topografía de rayos X para la superficie principal de crecimiento cristalino de la matriz de diamante monocristalino, se reúnen grupos de puntos de defectos del cristal, siendo cada uno de los puntos de defecto del cristal un punto terminal de una línea de defecto del cristal que alcanza la superficie principal del crecimiento del cristal, representando la línea de defecto del cristal una línea en la que existe

un defecto cristalino y una densidad de los puntos de defecto del cristal puede ser superior a 2 mm^{-2} . Dado que la densidad de los puntos de defecto del cristal es superior a 2 mm^{-2} en dicho diamante monocristalino, se suprime la aparición de mellado grande debido a la relajación por tensión proporcionada por las líneas de defecto del cristal, en comparación con un diamante monocristalino que no tiene efectos.

5 El diamante monocristalino de la presente realización está configurado, preferentemente, como sigue. Esto es, una densidad de puntos de dislocación combinados de los puntos de defectos del cristal puede ser superior a 2 mm^{-2} , cada uno de los puntos de dislocación combinados es un punto terminal de una dislocación combinada que alcanza la superficie principal de crecimiento del cristal, la dislocación combinada resultante de una combinación de al menos
10 cualquiera de una pluralidad de dislocaciones de borde y una pluralidad de dislocaciones de tornillo. Como la densidad de los puntos de dislocación combinados, que son los puntos terminales de las dislocaciones combinadas que alcanzan la superficie principal de crecimiento del cristal, es más de 2 mm^{-2} y el efecto de la relajación de la tensión proporcionado por las dislocaciones combinadas es grande en dicho diamante monocristalino, la aparición de mellado grande se suprime aún más.

15 El diamante monocristalino de la presente realización está configurado, preferentemente, como sigue. Esto es, el diamante monocristalino de la presente realización puede incluir una pluralidad de capas de diamante monocristalino. Dado que el diamante monocristalino incluye la pluralidad de capas de diamante monocristalino, se facilita la formación de las líneas de defecto cristalino, evitando aún más la aparición de mellados grandes.

20 Específicamente, el diamante monocristalino tiene una estructura tal que una línea de defecto cristalino del diamante monocristalino está ramificada en una pluralidad de líneas de defecto cristalino desde un punto de defecto cristalino, que es un punto que alcanza una capa de diamante monocristalino que sirve como límite. Como resultado, la estructura es tal que a medida que aumenta el número de capas de diamante monocristalino, el número de líneas de defectos cristalino aumenta en la dirección hacia una superficie principal.

El diamante monocristalino de acuerdo con una determinara realización de la invención de la presente solicitud se configura, preferentemente, como sigue. Esto es, en una imagen de topografía de rayos X para una superficie principal de crecimiento cristalino del diamante monocristalino, existe una pluralidad de regiones reunidas en forma
30 de línea de defecto cristalino en paralelo, y en la pluralidad de regiones reunidas en forma de línea de defecto cristalino, se agrupan grupos de puntos de defectos cristalinos para su extensión en forma de líneas, siendo cada uno de los puntos de defecto del cristal un punto terminal de una línea de defecto del cristal que alcanza la superficie principal del crecimiento del cristal, representando la línea de defecto del cristal una línea en la que existe un defecto cristalino.

35 El diamante monocristalino de la presente realización está configurado, preferentemente, como sigue. Esto es, más de o igual a 1 ppm de átomos de nitrógeno pueden estar contenidos como átomos de impurezas. Tal diamante monocristalino contiene más de o igual a 1 ppm de átomos de nitrógeno como átomos de impurezas, y los átomos de nitrógeno son átomos de nitrógeno agrupados que proporcionan puntos de partida de mellado o agrietamiento, en lugar de átomos de nitrógeno sustituyentes aislados que no proporcionan puntos de partida de mellado o agrietamiento; sin embargo, la aparición de mellado grande se suprime debido a la relajación de la tensión proporcionada por la multiplicidad de líneas de defecto cristalino. Para interrumpir el progreso del mellado, deseablemente contiene más de o igual a 3 ppm de átomos de nitrógeno. Adicionalmente, más o igual a 30 ppm de átomos de nitrógeno están más deseablemente contenidos. Sin embargo, si hay demasiados átomos de nitrógeno
45 incluso cuando la densidad de las líneas de defectos cristalinos es alta, la tensión no se relaja antes de que ocurra el mellado. Por lo tanto, la concentración de los átomos de nitrógeno es, deseablemente, menor o igual a 1.000 ppm.

El diamante monocristalino de la presente realización está configurado, preferentemente, como sigue. Esto es, una transmitancia para luz de 400 nm puede ser menor o igual al 60 % cuando el grosor del diamante monocristalino es de 500 μm o se convierte en 500 μm y el diamante monocristalino se pule en espejo hasta tal punto que la evaluación puede hacerse ópticamente (la dispersión de la superficie es menor o igual al 2 %). Debido a un efecto sinérgico de los defectos y la impureza, dicho diamante monocristalino absorbe la luz en una longitud de onda menor o igual a 400 nm, reduciendo así la transmitancia. Con este efecto, se suprime la aparición de grandes mellas.

55 <Detalles de la realización del material de diamante monocristalino>

El diamante monocristalino incluido en la matriz tiene, preferentemente, las siguientes características. El diamante monocristalino puede no tener las características.

60 [Diamante monocristalino]

Con referencia a la figura 4 y la figura 5, en el diamante monocristalino 20 de la presente realización, en una imagen de topografía de rayos X para una superficie principal de crecimiento de cristal de 20 m de diamante monocristalino 20, se reúne un grupo de puntos de defectos cristalinos de 20dp, cada uno de los puntos de defecto cristalino 20dp
65 es un punto terminal de una línea de defecto cristalino 20dq (por ejemplo, líneas de dislocación o similares) que alcanzan al menos una cierta superficie de diamante monocristalino 20, representando la línea de defecto cristalino

20dq una línea en la que existe un defecto cristalino 20d. En esta ocasión, en la invención de la presente solicitud, la expresión "se agrupan grupos de puntos de defectos" tiene un significado específico como sigue. Esto es, un grupo de puntos de defectos cristalinos es una colección de una pluralidad de puntos de defectos ramificados desde un punto de partida o una colección de puntos de defectos cristalinos ramificados de la pluralidad anterior de puntos de defectos cristalinos. Una colección de puntos de defectos ramificados desde un punto de partida diferente se considera como un grupo diferente. Por tanto, suponiendo que un círculo mínimo que incluya completamente un grupo se exprese como un área del grupo, se expresa que los grupos se reúnen cuando el área de un determinado grupo está en contacto o se superpone con el área de otro grupo.

En el material de diamante monocristalino 20 de la presente realización, la existencia de puntos de defectos cristalinos 20dp y líneas de defectos cristalinos 20dq se indica en una imagen de topografía de rayos X. Específicamente, dado que los puntos de defecto cristalino 20dp y las líneas de defecto cristalino 20dq tienen intensidades de reflexión de rayos X más altas que las de las porciones que no sean puntos de defecto cristalinos 20dp y las líneas de defecto cristalino 20dq en el cristal (porciones con menos defectos, es decir, porciones con alta cristalinidad), la existencia de puntos de defecto cristalino 20dp y las líneas de defecto cristalino 20dq se muestran como porciones oscuras en el caso de una imagen de topografía de rayos X positiva y se muestran como porciones brillantes en el caso de una imagen de topografía de rayos X negativa. Las líneas de defectos cristalinos se muestran como las porciones oscuras o brillantes en forma de líneas, mientras que los puntos de defectos cristalinos se muestran como intersecciones entre la superficie del cristal y la línea de defecto cristalino.

[Defecto cristalino]

En esta ocasión, los defectos cristalinos 20d incluyen varios tipos de defectos, tales como defectos puntuales, dislocaciones, mellados, agrietamientos y tensión del cristal. Por otra parte, las dislocaciones incluyen dislocaciones de borde, dislocaciones de tornillo y dislocaciones combinadas resultantes de combinaciones de al menos una pluralidad de dislocaciones de borde y una pluralidad de dislocaciones de tornillo.

Cada una de las líneas de defecto cristalino 20dq está constituida por estas dislocaciones y similares se detiene cuando se genera nuevamente una línea de defecto cristalino 20dq o la línea de defecto cristalino 20dq alcanza la superficie principal de crecimiento del cristal 20m. El lado del mismo que ha alcanzado la superficie principal de crecimiento cristalino 20m se denomina "punto de defecto cristalino 20dp", y en la invención de la presente solicitud, el número de puntos de defectos cristalinos 20dp se cuenta para definir una densidad de puntos de defectos cristalinos 20dp. Como es prácticamente imposible contar más o igual a 10^4 puntos de defectos cristalinos como en la invención de la presente solicitud, un valor promedio de los puntos de defectos cristalinos en al menos cinco ubicaciones dentro de un intervalo limitado se toma de la siguiente manera. Cuando se espera que haya menos de 10 puntos de defectos cristalinos/mm², los puntos de defectos cristalinos de 20dp se cuentan en todo el cristal, y los puntos de defectos cristalinos así contados se dividen por el área de todo el cristal y, por lo tanto, se convierten en una unidad de mm⁻². Los puntos de defectos cristalinos 20 dp se cuentan dentro de una región con un intervalo limitado, tal como: una región de 1 mm cuadrado cuando se espera que sea mayor o igual a 10 puntos de defectos cristalinos/mm² y menos de 100 puntos de defectos cristalinos/mm²; una región de 500 μm cuadrados cuando se espera que sea mayor o igual a 10^2 puntos de defectos cristalinos/mm² y menos de 5×10^2 puntos de defectos cristalinos/mm²; una región de 200 μm cuadrados cuando se espera que sea mayor o igual a 5×10^2 puntos de defectos cristalinos/mm² y menos de 3×10^3 puntos de defectos cristalinos/mm²; una región de 140 μm cuadrados cuando se espera que sea mayor o igual a 3×10^3 puntos de defectos cristalinos/mm² y menos de 10^4 puntos de defectos cristalinos/mm²; una región de 100 μm cuadrados cuando se espera que sea mayor o igual a 10^4 puntos de defectos cristalinos/mm² y menos de 2×10^4 puntos de defectos cristalinos/mm², o una región de 50 μm cuadrados cuando se espera que sea mayor o igual a 2×10^4 puntos de defectos cristalinos/mm². Después, los puntos de defectos cristalinos así contados se convierten en una unidad de mm⁻². Al hacerlo, la región en la que se cuenta el número de puntos de defectos cristalinos 20dp debe ser una región que incluya regiones de defectos cristalinos reunidas 20r. La región reunida 20r de defectos cristalinos se refiere a una región en la que se agrupan grupos de puntos de defectos cristalinos 20dp. Una región reunida de defectos cristalinos 20r en forma de una línea se denomina "región reunida en forma de línea de defectos cristalinos". Si se desconoce cuál de las porciones detenidas de la línea de defectos cristalinos 20dq alcanza la superficie principal del crecimiento del cristal, el punto de defecto cristalinos se especifica cambiando el ángulo incidente y el plano de difracción para una imagen de topografía de rayos X del tipo de transmisión o capturando una imagen de topografía de rayos X del tipo de reflexión.

Por otro lado, la línea de defecto cristalino 20dq es un punto de defecto cristalino 20dp en la superficie de crecimiento del cristal, de modo que la densidad de las líneas de defectos cristalinos 20dp en la vecindad de la superficie de crecimiento del cristal es igual a la densidad de los puntos de defectos cristalinos 20dp. También existe una línea de defecto cristalino 20dq dentro del cristal y hay una intersección del mismo con una superficie arbitraria. La densidad de tales intersecciones corresponde a la densidad de las líneas de defectos cristalinos en la superficie. Los ejemplos de la superficie arbitraria incluyen una superficie límite que crece en forma de capa y similares.

Cada región reunida de líneas defecto cristalino 20r está formado por puntos de defectos cristalinos 20dp, que son los puntos terminales de las de defectos cristalinos 20dq y que se recogen en forma de líneas en la superficie principal del crecimiento del cristal 20m, cada una de las líneas de defecto cristalino 20dq es una línea en la que

5 existe el defecto cristalino 20d. Por tanto, en una imagen de topografía de rayos X medida en un tipo de transmisión en la dirección paralela a la dirección de crecimiento de cristal del diamante monocristalino 20 (es decir, dirección perpendicular a la superficie principal de crecimiento de cristal 20m), las líneas de defecto cristalino 20dq se superponen en la región 20r de defecto cristalino, con el resultado de que se hace difícil discernir un estado de
 10 reunión de puntos de defectos cristalinos 20dp. Como es necesario observar puntos de defectos cristalinos 20dp en la invención de la presente solicitud, es preferible usar rayos X, que son radiación sincrotrónica, para la imagen de topografía de rayos X. Para el tipo de transmisión, la medición se realiza usando rayos X con una longitud de onda de 7,1 nm y (220) difracción de $2\theta = 32,9^\circ$, por ejemplo. Mientras tanto, para el tipo de reflexión, la medición puede realizarse utilizando rayos X con una longitud de onda de 9,6 nm y (113) difracción de $2\theta = 52,4^\circ$. Si los
 15 puntos de defectos cristalinos 20dp no se distinguen como se ha descrito anteriormente, los puntos de defectos cristalinos se especifican capturando una imagen en una longitud de onda diferente y en un ángulo de difracción diferente. De manera similar, la medición puede realizarse utilizando un difractómetro de rayos X de un sistema de laboratorio. Por ejemplo, la difracción (111) puede observarse usando una fuente de radiación Mo o la difracción (113) puede observarse usando una fuente de radiación Cu; sin embargo, se requiere un largo tiempo de medición para capturar una imagen con alta resolución. Aunque se puede usar una cámara CCD para la medición, es deseable utilizar una placa nuclear para aumentar la resolución. Es deseable realizar todo el almacenamiento, desarrollo y fijación de la placa nuclear en un ambiente fresco de menos de o igual a 10°C . Después del desarrollo, se captura una imagen con un microscopio óptico para cuantificar los puntos de defecto cristalino 20dp y las líneas de defecto cristalino 20dq. Aunque también existe un método (método de doble refracción) que emplea la doble
 20 refracción para medir tales defectos cristalinos, algunas dislocaciones pueden no aparecer en la imagen de doble refracción o defectos puntuales que no son defectos de estructura pueden aparecer en la imagen de doble refracción. Por lo tanto, la topografía de rayos X es más preferible que el método de doble refracción.

25 En el diamante monocristalino 20 de la presente realización, la densidad de los puntos de defectos cristalinos 20dp es más de 2 mm^{-2} , es preferentemente más de 20 mm^{-2} , es más preferentemente más de 300 mm^{-2} , es aún más preferiblemente más de 1000 mm^{-2} y aún más preferiblemente es más de $1 \times 10^4\text{ mm}^{-2}$. Dado que la densidad de los puntos de defectos cristalinos de 20dp es más de 2 mm^{-2} en dicho material de diamante monocristalino, se suprime la aparición de mellados grandes debido a la relajación de la tensión proporcionada por la alta densidad de las líneas de defecto cristalino 20dq que corresponde a la alta densidad de los puntos de defecto cristalino 20dp. En particular,
 30 la resistencia al mellado es particularmente excelente cuando la densidad es superior a 1000 mm^{-2} .

35 En el diamante monocristalino 20 de la presente realización, la densidad de los puntos de dislocación combinados de los puntos de defectos cristalinos 20dp es más de 2 mm^{-2} , es preferentemente más de 20 mm^{-2} , es más preferentemente más de 30 mm^{-2} , además es preferentemente más de 300 mm^{-2} , y aún más preferentemente es más de 3000 mm^{-2} . Cada uno de los puntos de dislocación combinados es un punto terminal de una dislocación combinada que alcanza la superficie principal de crecimiento de cristales, la dislocación combinada resultante de una combinación de al menos cualquiera de una pluralidad de dislocaciones de borde y una pluralidad de dislocaciones de tornillo. Como la densidad de los puntos de dislocación combinados, que son los puntos terminales de las dislocaciones combinadas que alcanzan la superficie principal de crecimiento del cristal, es más de 20 mm^{-2} y
 40 el efecto de la relajación de la tensión proporcionado por las dislocaciones combinadas es grande en dicho diamante monocristalino, la aparición de mellado grande se suprime aún más. Particularmente, cuando la densidad es más de 300 mm^{-2} , la resistencia al mellado es particularmente excelente.

45 En el material de diamante monocristalino 20 de la presente realización, en una imagen de topografía de rayos X, existe una pluralidad de regiones reunidas de defectos cristalinos 20r en paralelo, y en cada una de las regiones reunidas de defectos cristalinos 20r, se reúnen grupos de puntos de defectos cristalinos de 20dp para extenderse en forma de líneas, cada uno de los puntos de defectos cristalinos 20dp es un punto terminal de una línea de defecto cristalino 20dq que alcanza al menos una cierta superficie del diamante monocristalino, representando la línea de defecto cristalino 20dq una línea en la que existe un defecto cristalino. La forma de las líneas se puede determinar en función de una disminución abrupta de la probabilidad de existencia de puntos de defectos cristalinos 20dp en una línea girada en un cierto ángulo (por ejemplo, más de o igual a 10° y menor o igual a 90°) desde una línea fija que tiene una cierta anchura en comparación con la probabilidad de existencia de puntos de defectos cristalinos 20dp en la línea fija. Esto es, cuando se extraen al menos cinco líneas y los ángulos y los puntos de defectos cristalinos de 20dp en las líneas se trazan en un gráfico, aparece un pico con la línea fija centrada, determinando así
 50 la forma de las líneas.
 55

60 En esta ocasión, las dislocaciones combinadas se pueden observar cambiando la dirección de difracción de rayos X (vector g) en la topografía de rayos X. Por ejemplo, al observar, en el tipo de transmisión, el plano (001) que es un plano de cristal del diamante monocristalino, las dislocaciones de borde pueden observarse en un vector g de una dirección [440] y no pueden observarse en un vector g de una dirección [4-40] o similar ortogonal al vector g anterior, mientras que las dislocaciones combinadas pueden observarse en una pluralidad de vectores g de la dirección [440], la dirección [4-40] y ortogonales similares entre sí. Cabe señalar que al observar otras dislocaciones que tienen un vector Burgers que no es perpendicular a la dirección <001>, en el que las dislocaciones, es decir, las líneas de defectos cristalinos 20dq se extienden y eso tiene un componente también en la dirección <001>, tales dislocaciones se pueden observar en el tipo de reflexión e vectores g de la dirección [044], la dirección [004], la dirección [111], la dirección [113] y similares, por ejemplo. Sin embargo, en el caso del tipo de reflexión, las líneas de defectos
 65

crystalinos, como las dislocaciones, se superponen entre sí en la imagen, con el resultado de que se hace difícil discernir si los defectos cristalinos tienen o no la forma de la estructura de la invención de la presente solicitud. Las medidas y los términos del presente documento se describen con detalle en el documento WO 2016/013588, y se definen de la misma manera.

5 Como las dislocaciones combinadas observadas de este modo son también líneas de defectos cristalinos 20dq, la densidad de las dislocaciones combinadas se puede medir de la misma manera que la medición de la densidad de las líneas de defectos cristalinos 20dq utilizando el método descrito anteriormente en la sección [Defecto cristalino].

10 Con referencia a la figura 6, el diamante monocristalino 20 de la presente realización incluye, preferentemente, una pluralidad de capas de diamante monocristalino 21, 22. Como el diamante monocristalino 20 incluye la pluralidad de capas de diamante monocristalino 21, 22, la formación de líneas de defectos cristalinos 21dp, 22dq se facilita, suprimiendo aún más la aparición de mellados grandes.

15 La primera capa de diamante monocristalino 21 se hace crecer mediante CVD en una superficie principal 10m de un cristal simiente de diamante 10 que tiene regiones reunidas en forma de línea de defecto cristalino en la simiente en las que se agrupan grupos de puntos de defectos cristalinos de simiente 10dp para extenderse en forma de líneas en la superficie principal 10m, y las líneas de defecto cristalino 21dq transferidas desde los defectos de los puntos de defecto cristalino de la simiente 10dp en la superficie principal 10m se extienden en la primera capa de diamante monocristalino 21 en la dirección de crecimiento del cristal. En la segunda capa de diamante monocristalino 22 cultivada por CVD en la primera capa de diamante monocristalino 21, los puntos de defectos cristalinos 20dp son puntos terminales de las líneas de defectos cristalinos 22dq que tienen defectos transferidos desde las líneas de defectos cristalinos 21dq y que se extienden en la dirección del crecimiento del cristal para alcanzar la superficie principal de crecimiento del cristal 20m de diamante monocristalino 20.

20 En esta ocasión, en general, en la primera capa de diamante monocristalino 21, una pluralidad de líneas de defecto cristalino 21dq se transfieren desde un punto de defecto cristalino de la simiente 10dp del cristal simiente del diamante 10 y en la segunda capa de diamante monocristalino 22, una pluralidad de líneas de defectos cristalinos 22dq se transfieren desde una línea de defecto cristalino 21dq de la primera capa de diamante monocristalino 21.

25 Por lo tanto, a medida que aumenta el número de capas de diamante monocristalino 21, 22, se incrementa el número de puntos de defectos cristalinos 20dp del diamante monocristalino 20. Como resultado, el diamante 20 monocristalino tiene una estructura tal que a medida que aumenta el número de capas de diamante monocristalino, el número de líneas de defectos cristalinos aumenta en la dirección hacia una superficie principal, mediante el cual se obtiene un cristal con mayor resistencia al mellado. El diamante monocristalino 20 de la presente realización contiene, preferentemente, más de o igual a 1 ppm de átomos de nitrógeno como átomos de impureza. Este diamante monocristalino 20 contiene más de o igual a 1 ppm de átomos de nitrógeno como átomos de impureza, y estos átomos de nitrógeno son nitrógeno en un estado tal que los átomos de nitrógeno no son átomos de nitrógeno sustituyentes aislados. La concentración de dicha impureza de nitrógeno puede calcularse restando el nitrógeno medido por ESR (método de resonancia de espín electrónico) del nitrógeno medido por SIMS (método de espectrometría de masas de iones secundario). Se descubrió que el nitrógeno definido de este modo se mezcla y se une a las líneas de defectos cristalinos en la invención de la presente solicitud para suprimir la aparición de mellados grandes, aumentando así la resistencia al mellado. En vista de lo anterior, la concentración de los átomos de nitrógeno contenidos como átomos de impurezas en el diamante monocristalino es mayor o igual a 1 ppm, es, más preferentemente, mayor o igual a 3 ppm, es, más preferentemente, mayor o igual a 10 ppm, y es además preferentemente mayor o igual a 30 ppm. En particular, cuando la concentración es mayor o igual a 10 ppm, se exhibe una excelente resistencia al mellado. Cuando se agrupan grupos de puntos de defectos cristalinos de 20dp, es más probable que se forme una cantidad mayor de nitrógeno sustituido no aislado en el diamante para proporcionar una alta resistencia al mellado.

30 En el diamante monocristalino 20 de la presente realización, cuando el grosor del diamante monocristalino 20 es de 500 μm o se convierte en 500 μm , una transmitancia para luz de 400 nm es menor o igual al 60 %, es, preferentemente, menor o igual al 30 %, es, más preferentemente, menor o igual al 10 % y, aún más preferentemente, es menor o igual al 5 %. Adicionalmente, una transmitancia para luz de 600 nm cuando el grosor del material de diamante monocristalino 20 es 500 μm es, preferentemente, menor o igual al 60 %, es, más preferentemente, menor o igual al 30 % y, además, es preferentemente menor o igual al 10 % y es particularmente preferentemente menor o igual al 5 %. Una transmitancia menor indica un mayor número de líneas de defectos cristalinos 20dq de la invención de la presente solicitud y una mayor cantidad de nitrógeno definido en la invención de la presente aplicación, con el resultado de que se suprime la grieta y se exhibe resistencia al mellado. Una transmitancia más pequeña para una longitud de onda más larga indica un mayor número de líneas de defectos cristalinos de la invención de la presente solicitud y una mayor cantidad de nitrógeno definido en la invención de la presente solicitud, con el resultado de que se suprime la grieta y se exhibe resistencia al mellado. Solo con tal multiplicidad de líneas de defectos cristalinos, la transmitancia de la luz no necesariamente tiene una gran influencia; sin embargo, cuando el nitrógeno no sustituyente se combina con las líneas de defectos cristalinos, el nitrógeno no sustituyente y las líneas de defectos cristalinos afectan a la transmitancia de la luz. La transmitancia de la luz en ese caso sirve como un buen índice para la resistencia al mellado. En esta ocasión, la "transmitancia para la luz" se refiere a una transmitancia sustancial para la luz entrante, en lugar de una transmitancia, excluyendo la reflectancia.

Por lo tanto, incluso cuando no hay absorción o dispersión, la transmitancia será de aproximadamente el 71% como máximo. Se puede obtener un valor convertido de transmitancia en el caso de un grosor diferente usando una fórmula generalmente conocida en consideración de múltiples reflexiones en el mismo.

5 [Método de producción de diamante monocristalino]

10 Con referencia a la figura 7, un método para producir material de diamante monocristalino 20 de la presente realización incluye: una etapa (Fig. 7 (A)) de preparar el cristal simiente de diamante 10 que tiene regiones reunidas de defecto cristalino de simiente en las que se juntan puntos de defecto cristalino de simiente 10dp en la superficie principal 10m; y una etapa (Fig. 7 (B)) de material de diamante monocristalino 20 en crecimiento por deposición química de vapor en la superficie principal 10m de cristal simiente de diamante 10. El punto de defecto cristalino de simiente se refiere a un punto de defecto cristalino en un sustrato de simiente. La región reunida del defecto del cristal de simiente se refiere a una región en la que los puntos del defecto cristalino están reunidos en el sustrato de simiente. En la región de defecto cristalino de simiente reunida en la superficie principal del sustrato de cristal simiente de diamante descrito anteriormente, lo grupos de puntos de defecto cristalino de simiente 10dp se reúnen más preferentemente, los puntos de defecto cristalino de simiente 10dp se agrupan, preferentemente, para extenderse en forma de líneas y los grupos de puntos de defecto cristalino de simiente 10dp se reúnen aún más preferentemente para extenderse en forma de líneas en puntos de defecto cristalino de simiente 10dp.

20 En el método de producción del diamante monocristalino 20 de la presente realización, los puntos de defecto cristalino de simiente 10dp, la región reunida del defecto del cristal simiente y la región reunida en forma de línea del defecto cristalino de simiente se muestran adecuadamente en una imagen de topografía de rayos X medida en el tipo de transmisión en la dirección perpendicular a la superficie principal 10 m del cristal simiente de diamante 10 (es decir, imagen de topografía de rayos X para la superficie principal 10m de cristal simiente de diamante 10).

25 (Diamante que tiene las regiones reunidas de defectos cristalinos de simiente)

30 Con referencia a la figura 7 (A), la etapa de preparar cristal simiente de diamante 10 que tiene regiones reunidas de defectos cristalinos de simiente en las que los puntos de defecto cristalino de simiente 10dp se reúnen en la superficie principal 10m del cristal simiente de diamante 10 no están particularmente limitados; sin embargo, para preparar eficazmente el cristal simiente de diamante 10 que tiene regiones reunidas en forma de línea de defecto cristalino de la simiente en las que se agrupan grupos de puntos de defectos cristalinos de simiente 10dp para extenderse en forma de líneas en la superficie principal 10m del cristal simiente de diamante 10, la etapa puede incluir: una subetapa de preparación de cristal simiente de diamante 10; una subetapa de formar la región reunida de defectos cristalinos de simiente en la que los puntos de defectos cristalinos de simiente 10dp se reúnen en la superficie principal 10m del cristal simiente de diamante 10; y una subetapa de formación de una región de implantación de iones 10c en la superficie principal 10m del cristal simiente de diamante 10 implantando iones en la misma.

40 En la etapa de preparar el cristal simiente de diamante 10, como cristal simiente de diamante 10, se prepara un diamante monocristalino de tipo Ib o un diamante monocristalino de tipo IIa cultivado por el método de alta temperatura/alta presión, o un diamante monocristalino cultivado por CVD usando el diamante monocristalino de tipo Ib o el diamante monocristalino de tipo IIa como un cristal simiente.

45 En la subetapa de formación de las regiones reunidas de defecto cristalino de simiente en las que se reúnen puntos de defectos cristalinos de simiente 10d en la superficie principal 10m del cristal simiente de diamante 10, se incluyen varios tipos de puntos de defecto en los puntos de defecto cristalino de simiente 10dp, tales como puntos de defectos cristalinos de simiente, puntos de dislocación de cristal simiente 10dd (puntos terminales de dislocaciones que alcanzan la superficie principal 10m, tales como dislocaciones de borde, dislocaciones de tornillo y dislocaciones combinadas resultantes de combinaciones de al menos cualquiera de una pluralidad de dislocaciones de borde y una pluralidad de dislocaciones de tornillo), puntos de mellado del cristal simiente 10dv, puntos de agrietamiento del cristal simiente y puntos de daño del cristal simiente 10di. Por otra parte, la región reunida del defecto del cristal simiente se forma, preferentemente, realizando un pulido mecánico usando una muela a una velocidad de rotación de 500 rpm a 3000 rpm y una carga de 0,5 kgf a 50 kgf, por ejemplo. En la muela, los granos abrasivos de diamante que tienen un tamaño promedio de grano de 9 μm a 35 μm se fijan usando un metal. Los puntos de defecto cristalino de simiente se forman más fácilmente en la superficie principal del cristal simiente ya que el tamaño promedio del grano es mayor, la velocidad de rotación es mayor y la carga es mayor. La carga es, preferentemente, mayor o igual que 0,5 kgf y menor que 5 kgf, es, más preferentemente, mayor o igual que 5 kgf y menor que 10 kgf, además es preferentemente mayor o igual a 10 kgf y menor de 20 kgf, y aún más preferentemente es mayor o igual a 20 kgf.

60 Como la carga es mayor, es necesario un mecanismo para suprimir la vibración para evitar la rotura de un sustrato. Por otro lado, se permite una alta frecuencia de vibración. Esto conduce a la generación de grietas diminutas en la superficie del sustrato, lo que contribuye a formar puntos de partida de los grupos de puntos de defectos cristalinos de la invención de la presente solicitud. Cuando el cristal simiente gira en la dirección de pulido, es más probable que se formen los puntos de defecto cristalino de simiente para reunirse. Por otro lado, cuando se fija el cristal simiente, es más probable que los puntos de defectos del cristal simiente se formen para reunirse en forma de líneas. Dado que el sustrato se rompe fácilmente cuando la carga es grande, el grosor del sustrato debe aumentarse

con respecto al tamaño del sustrato. Cuando la carga es mayor o igual a 0,5 kgf y menor a 5 kgf, el tamaño del sustrato es, preferentemente, un cuadrado de 4 mm y el grosor del sustrato es, preferentemente, mayor o igual a 0,8 mmt. Cuando la carga es mayor o igual a 5 kgf y menor a 20 kgf, el tamaño del sustrato es, preferentemente, un cuadrado de 4 mm y el grosor del sustrato es, preferentemente, mayor o igual a 1,6 mmt. Cuando la carga es mayor o igual a 20 kgf, el tamaño del sustrato es, preferentemente, un cuadrado de 4 mm y el grosor del sustrato es, preferentemente, mayor o igual a 3,2 mmt. Al realizar también grabado iónico reactivo (RIE), grabado de plasma por microondas, fresado iónico o similar después del pulido mecánico, la densidad de los puntos de defecto generados puede ajustarse finamente y el efecto de los mismos se mantiene sustancialmente.

10 La subetapa de formar la región de implantación de iones 10c en el lado 10m de la superficie principal del cristal simiente de diamante 10 se puede realizar implantando iones en el lado 10m de la superficie principal del cristal 10 de simientes de diamante. Para los iones, preferentemente se usan iones de carbono, iones de nitrógeno, iones de silicio o iones de fósforo.

15 (Etapa de cultivar diamante monocristalino)

Con referencia a la Figura 7 (B), la etapa de cultivar el diamante monocristalino 20 se realiza cultivando el diamante monocristalino 20 en la superficie principal 10 m del cristal simiente 10 de diamante mediante deposición de vapor químico (CVD). Como la CVD, adecuadamente se usan CVD e plasma de microondas CVD, CVD de filamento caliente y similares. Usando hidrógeno, metano, argón, nitrógeno, oxígeno, dióxido de carbono y similares como gas de crecimiento monocristalino, la concentración de los átomos de nitrógeno sustituyentes no aislados en el diamante monocristalino (concentración obtenida restando la concentración de los átomos de nitrógeno sustituyentes aislados de la concentración de todos los átomos de nitrógeno) se ajusta preferentemente para que sea mayor o igual a 1 ppm, más preferentemente mayor o igual a 5 ppm y, más preferentemente, mayor o igual a 8 ppm. Adicionalmente, se puede añadir un gas dopante, tal como diborano, trimetilboro, fosfina, butilfosforo terciario o silano. La superficie de crecimiento cristalino del diamante monocristalino 20 tiene, preferentemente, una orientación en el plano de (100). En una región en la que el grosor del diamante monocristalino 20 es de 1 μm a 7 μm en la etapa inicial del crecimiento del cristal, es preferible cultivarlo en condiciones en que al menos un parámetro de crecimiento (α) sea mayor o igual a 2 y la temperatura del cristal simiente de diamante 10 sea menor o igual a 1100 °C. El parámetro de crecimiento (α) se refiere a un valor obtenido multiplicando, por $\sqrt{3}$, una relación de la tasa de crecimiento de cristales en la dirección $\langle 100 \rangle$ a la tasa de crecimiento de cristales en la dirección $\langle 111 \rangle$.

El grosor del diamante monocristalino 20 a cultivar no está particularmente limitado, pero, preferentemente, es mayor o igual a 300 μm y es, preferentemente, mayor o igual a 500 μm para formar adecuadamente una herramienta de corte, una herramienta de pulido, un componente óptico, un componente electrónico, un material semiconductor, y similares. El grosor del diamante monocristalino 20 es, preferentemente, menor o igual a 3 mm y es, preferentemente, menor o igual a 1,5 mm para evitar que se generen grietas debido al estrés con el cristal simiente 10 de diamante. En el caso del cultivo de material de diamante monocristalino 20 que tiene un espesor de más de 1 mm, es preferible cultivar la segunda capa de diamante monocristalino 22 en la primera capa de diamante monocristalino 21 como material de diamante monocristalino adicional 20 después de cultivar la primera capa de diamante monocristalino 21 que tiene un espesor menor o igual a 500 μm y, luego, retirar el cristal simiente 10 de diamante como se describe a continuación.

Cabe señalar que, en el caso del crecimiento de un diamante monocristalino 20 que incluye la pluralidad de capas de diamante monocristalino 21, 22 como se muestra en la figura 6, la primera capa de diamante monocristalino 21 y la segunda capa de diamante monocristalino se pueden cultivar continuamente en el cristal simiente de diamante 10 como diamante monocristalino 20. Sin embargo, en el caso de material de diamante monocristalino en crecimiento 20 que tiene un grosor grande (por ejemplo, grosor de más de 1 mm), es preferible que la primera capa de diamante monocristalino 21 que tenga un grosor menor o igual a 500 μm se cultive, luego se retira el cristal simiente de diamante y, después, se cultiva adicionalmente la segunda capa de diamante monocristalino 22, para evitar que el cristal simiente de diamante 10 se rompa debido al estrés resultante del gran grosor del diamante monocristalino 20. Entre la formación de la primera capa de diamante monocristalino 21 y la formación de la segunda capa de diamante monocristalino 22, el ambiente regresa de un ambiente de crecimiento a una atmósfera normal a temperatura ambiente y luego se cambia nuevamente al ambiente de crecimiento. Por consiguiente, las líneas de defectos cristalinos formadas previamente en la invención de la presente solicitud tienen más probabilidades de ser ramificadas, aumentando así los puntos de defectos cristalinos. Mientras tanto, también se puede realizar el pulido mecánico en la invención de la presente solicitud. En este caso, la capa de diamante monocristalino 21 sirve como sustrato de simiente para convertirse en un cristal simiente de diamante monocristalino 10 que se muestra en la figura 6, logrando así el crecimiento con un mayor número de puntos de partida iniciales.

60 (Etapa de eliminar el cristal simiente de diamante)

Con referencia a la Figura 7 (C), para obtener material de diamante monocristalino 20 de manera eficiente, el método de producción de material de diamante monocristalino 20 de la presente realización puede incluir además una etapa de eliminación del cristal simiente de diamante 10.

Para eliminar el cristal simiente de diamante 10 de manera eficiente, en la etapa de eliminar el cristal simiente de diamante 10, es preferible eliminar el cristal simiente de diamante 10 realizando un grabado electroquímico tal como el grabado electrolítico para descomponer y eliminar la región de capa conductora de la región de implantación de iones 10c formada realizando la implantación de iones en el cristal simiente de diamante 10.

5 (Etapa de crecimiento adicional del diamante monocristalino)

10 Con referencia a la Figura 7 (D), para obtener el diamante monocristalino 20 en el que se suprime aún más la aparición de mellados grandes, el método de producción de diamante monocristalino 20 en la presente realización puede incluir además una etapa de crecimiento adicional de un diamante monocristalino 20.

15 La etapa de hacer crecer adicionalmente el diamante monocristalino 20 se realiza haciendo crecer la segunda capa 22 de diamante monocristalino por CVD en la superficie principal de la primera capa 21 de diamante monocristalino, que es un diamante monocristalino 20 que ya se ha cultivado. En la primera capa de diamante monocristalino 21, las líneas de defecto cristalino 21dq que tienen defectos transferidos desde los puntos de defecto cristalino de simiente 10dp de la superficie principal 10m del cristal simiente de diamante 10 se extienden en la dirección de crecimiento del cristal como se muestra en la figura 7 (C). En la segunda capa de diamante monocristalino 22 cultivada por CVD en la primera capa de diamante monocristalino 21, los puntos de defecto cristalino 20dp son puntos de punta de las líneas de defecto cristalino 22dq que tienen defectos transferidos desde las líneas de defecto cristalino 21dq y que se extienden en la dirección del crecimiento del cristal para alcanzar la superficie principal de crecimiento del cristal 20m de diamante monocristalino 20.

25 En esta ocasión, en general, en la primera capa de diamante monocristalino 21, una pluralidad de líneas de defecto cristalino 21dq se transfieren desde un punto de defecto cristalino de la simiente 10dp del cristal simiente del diamante 10 y en la segunda capa de diamante monocristalino 22, una pluralidad de líneas de defecto cristalino 22dq se transfieren desde una línea de defecto cristalino 21dq de cristal simiente de diamante 10. Por lo tanto, a medida que aumenta el número de primera y segunda capa de diamante monocristalino 21, 22, se incrementa el número de puntos de defectos cristalinos 20dp de diamante monocristalino 20, suprimiendo de este modo la aparición de mellados grandes.

30 **[Ejemplo 1]**

(Preparación de material de diamante para la matriz de trefilado)

35 1. Preparación de cristal simiente de diamante que tiene una región reunida en forma de línea de defecto cristalino de simiente en la superficie principal

40 Con referencia a la figura 7 (A), como cristal simiente de diamante 10, se preparó un sustrato de cristal simiente de diamante 10 cultivado por el método de alta temperatura/alta presión. La superficie principal 10m tenía un ángulo de separación 2° con respecto al plano (001) en la dirección $\langle 100 \rangle$, y el tamaño del cristal simiente de diamante 10 era el siguiente: 4 mm x 4 mm x 1 mm de espesor.

45 Al usar una muela obtenida fijando granos abrasivos de diamante que tienen un tamaño de grano promedio de 9 μm a 35 μm usando un metal, se formaron arañazos que se extendían en forma de líneas en la dirección $\langle 100 \rangle$ en la superficie principal 10 m de cristal simiente de diamante 10 como las regiones reunidas en forma de línea de defecto cristalino de simiente en las siguientes condiciones: una velocidad de rotación de 500 rpm a 3000 rpm; y una carga que cae dentro de un intervalo de 10 kgf a 20 kgf (muestra 1). En esta ocasión, la carga se aplicó de la siguiente manera: la carga se incrementó gradualmente a una velocidad menor o igual a 3 kgf/min mientras se usa un aparato que tiene un mecanismo para suprimir la vibración de la muela para evitar que la carga exceda los 52 kgf. A continuación, las densidades de los puntos de defecto del cristal simiente y los puntos de daño del cristal simiente se ajustaron mediante grabado en seco de la superficie principal del cristal simiente de diamante usando gas oxígeno y gas CF_4 . Cabe señalar que el tamaño de grano promedio se refiere a un tamaño de grano promedio designado por un fabricante que suministra un molino de diamante y el tamaño de grano promedio en el presente documento se refiere a un tamaño de partícula promedio en la especificación de un molino proporcionado por International Diamond. Esto generalmente se determina mediante el cribado de granos usando un tamiz, y corresponde sustancialmente a # 600 a # 1500.

60 A continuación, Se implantaron iones de carbono en cada cristal simiente de diamante en la superficie principal provista de las regiones recogidas en forma de línea de defecto cristalino de simiente, con una energía de 300 keV a 10 MeV a una cantidad de dosis de $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ a $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}$, formando así una región de capa conductora. Esta etapa se realizó al eliminar el material de diamante monocristalino, cultivado por deposición química de vapor, del sustrato de simiente por grabado electrolítico. Esta etapa se omitió en el caso en el que el diamante sería cortado por un láser en una etapa posterior.

65 2. Crecimiento de diamante monocristalino

A continuación, se empleó CVD con plasma de microondas para cultivar un diamante monocristalino en cada cristal simiente de diamante en su superficie principal provista de las regiones reunidas en forma de línea de defecto cristalino de simiente. Para el gas de crecimiento del cristal, se usó gas hidrógeno, gas metano y gas nitrógeno. La concentración del gas metano en relación con el gas hidrógeno se ajustó del 5 % en moles al 20 % en moles, y la concentración del gas nitrógeno en relación con el gas metano se ajustó en 0 % en moles al 5 % en moles. Se ajustó una presión de crecimiento de cristal de 5 kPa a 15 kPa y se ajustó una temperatura de crecimiento de cristal (temperatura del cristal simiente de diamante) de 800 °C a 1200 °C.

3. Eliminación de cristal simiente de diamante

A continuación, los respectivos diamantes monocristalinos se eliminaron de los cristales simiente de diamante realizando un grabado electrofítico para descomponer las regiones de la capa conductora en los cristales simiente de diamante. Como alternativa, en el caso de que no se haya realizado implantación de iones, el corte se realizó usando un láser para eliminarlos del sustrato de simiente.

Como resultado de evaluar cada uno de los diamantes monocristalino eliminados, la densidad de los puntos de defectos cristalinos fue de 1200 mm⁻², la densidad de las dislocaciones combinadas fue de 400 mm⁻², el número de capas de diamante monocristalino era dos, el grosor del diamante monocristalino fue de 1,0 mm, y la concentración de los átomos de nitrógeno no sustituyentes (átomos de nitrógeno sustituyentes no aislados) fue de 35 ppm. La densidad de los puntos de defectos cristalinos y la densidad de las dislocaciones combinadas se midieron como se describe en la sección [Defecto cristalino]. Cabe señalar que la densidad de las dislocaciones combinadas es una densidad de las mismas en la superficie de crecimiento del cristal, y se mide como una densidad de puntos en los que las dislocaciones alcanzan la superficie.

El diamante monocristalino se mecanizó en forma de borde de corte y se utilizó para cortar una pieza de trabajo con el fin de evaluar la resistencia al mellado. La Tabla 1 muestra una serie de evaluaciones y condiciones.

[Tabla 1]

		Muestra 1
Cristal simiente	Tipo de cristal simiente (Método de Síntesis monocristalino)	Método HPHT (Tipo Ib)
	Ángulo de separación (°)	2
	Fuera de dirección	<100>
	Carga (kgf) durante el pulido	10 a 20
	Forma de seleccionar la dirección de pulido durante el pulido	Rotación → Fijación
	Estado de los Puntos de defecto en la región reunida de defectos cristalinos	Reunidas en forma de líneas
	Densidad de los puntos de defectos cristalinos de simiente (mm ⁻²)	170
	Espesor del diamante de cristal simiente (mm)	1
	Tamaño del sustrato de simiente (mm ²)	4 x 4
Monocristalino	Estado de los Puntos de defecto en la región reunida de defectos cristalinos	Grupos reunidos en forma de líneas
	Número de los grupos en paralelo en la forma de líneas	25
	Densidad de puntos de defectos cristalinos (mm ⁻²)	1200
	Densidad de dislocaciones combinadas (mm ⁻²)	400
	Número de capas de diamante monocristalino	2
	Espesor del diamante monocristalino (µm)	1
	Concentración de átomos de nitrógeno no sustituyentes (ppm)	35
	Concentración de átomos de nitrógeno sustituyentes (ppm)	0,6
	Concentración de nitrógeno total (ppm)	35,6
	Transmitancia (%) para una longitud de onda de 400 nm (convertida en un grosor de 500 µm)	8
	Transmitancia (%) para una longitud de onda de 600 nm (convertida en un grosor de 500 µm)	53
Resistencia al mellado A (número de mellado)	0	
Resistencia al mellado B (número de mellado)	1	

En esta ocasión, para el pulido, se prestó atención a la selección de las direcciones de pulido y, por lo tanto, la Tabla 1 muestra las direcciones de pulido distintivamente. En la Tabla 1, "Rotación → Fijación" indica un método en el que un sustrato relativamente plano mediante un método general se pule durante 2 horas mientras se rota (se gira) y luego se fija y se pule durante 1 hora. Con esto, es probable que se introduzcan defectos en forma de líneas.

Para un cortador, se usó RF 4080R proporcionado por Sumitomo Electric Industries HardMetal. Para un chip

limpiador, se usó SNEW 1204ADFR-WS proporcionado por Sumitomo Electric Industries HardMetal. Como torno, se usó NV 5000 proporcionado por MORI SEIKI. Se estableció una velocidad de corte de 2000 m/min, se ajustó una cantidad de corte a 0,05 mm y se ajustó una cantidad de alimentación a 0,05 mm/filo de corte. Para la pieza de trabajo, se utilizó un material de aluminio A5052. Después de cortar la pieza de trabajo durante 30 km, se realizó una evaluación de la resistencia al mellado ("Resistencia al mellado A (número de mellados)" en la Tabla 1) en base al número de mellados de más de o igual a 5 µm en el borde del cortador. Como resultado, el número de mellados fue cero y, por lo tanto, el diamante monocristalino fue excelente. Para varias condiciones diferentes, se estableció una velocidad de corte de 2000 m/min, se ajustó una cantidad de corte a 0,10 mm y se ajustó una cantidad de alimentación a 0,10 mm/filo de corte. Para la pieza de trabajo, se utilizó un material de aluminio A5052. Después de cortar la pieza de trabajo durante 30 km, se realizó una evaluación de la resistencia al mellado ("Resistencia al mellado B (número de mellados)" en la Tabla 1) en base al número de mellados de más de o igual a 5 µm en el borde del cortador. Como resultado, se obtuvo una excelente resistencia al mellado.

En la evaluación de la resistencia al mellado A, cuando el número de mellados era menor o igual a uno, el material era suficientemente utilizable como producto. En la evaluación más severa B, se permitieron menos de cinco mellados.

La superficie cultivada del diamante monocristalino descrito anteriormente se pulió para que fuera plana y se sometió a una evaluación. El resultado de la evaluación presentó los mismos valores que los valores antes del pulido. Específicamente, en la evaluación después del pulido, la densidad de los puntos de defectos cristalinos fue de 1200 mm⁻², la densidad de las dislocaciones combinadas fue de 400 mm⁻², el número de capas de diamante monocristalino era dos, el grosor del diamante monocristalino fue de 1,0 mm, y la concentración de los átomos de nitrógeno no sustituyentes (átomos de nitrógeno sustituyentes no aislados) fue de 35 ppm. Para cada uno de los materiales de diamante monocristalino, la implantación de iones y el grabado electrolítico se realizaron en la etapa de eliminación del sustrato de simiente; sin embargo, no hubo grandes diferencias en los resultados de la evaluación cuando se empleó el método de corte con láser. En el método de corte usando el láser, después de las evaluaciones, se realizó un pulido mecánico para formar una superficie plana normal y luego se realizó la siguiente formación de mellado de la matriz.

Esta placa se cortó con un láser en un tamaño deseado, obteniendo así un chip para una matriz de trefilado. Después, se produjo una matriz de trefilado. Después, se evaluó la matriz de trefilado.

(Preparación y evaluación de la matriz de trefilado)

El diamante monocristalino de CVD (muestra 1) producido por el método descrito anteriormente se usó para preparar muestras de matrices de diamante que tienen la forma que se muestra en la figura 1 a la figura 3. Como se muestra en la figura 8 a la figura 10, en la formación de cada una de las matrices, la matriz se prepara cortando un diamante monocristalino 20 en un paralelepípedo rectangular de la siguiente manera: el diamante monocristalino 20 se corta perpendicularmente a la superficie principal con un ángulo de separación de 2° con respecto a la dirección <001> y en una dirección inclinada por un ángulo θ1 (0,5°, 1,2°, 6,2° y 7,3°) en relación con el paralelismo de la dirección <110> en la dirección <100> dentro de la superficie principal, tal que una superficie de corte resultante 201 sirve como una superficie principal en la que se formará un agujero de la matriz (el agujero se formará perpendicular a esta superficie principal). Como resultado, los ángulos de inclinación de los ejes de los agujeros son, respectivamente, 1,9°, 2,6°, 7,6° y 8,7° con respecto a la dirección <1-10>.

Por otra parte, para comparar con el diamante monocristalino de CVD descrito anteriormente, se prepararon muestras de diamante producidas usando un diamante natural y un diamante monocristalino de síntesis a alta presión. Los detalles de estas muestras se muestran a continuación.

[Tabla 2]

n.º de muestra	Material	Plano del cristal	Ángulo de inclinación del eje del agujero (°)	Diámetro del agujero de la matriz D (µm)	Longitud de soporte	Ángulo de reducción (°)
1	Diamante monocristalino de CVD	(110)	1,9	17,5	40 a 60 % D	10 a 12
2			2,6			
3			7,6			
4			8,7			
5	Diamante monocristalino natural (ND)	(111)	10,4			
6	Síntesis de alta presión Diamante monocristalino (HPHT)		0,5			

El trefilado se realizó en las siguientes condiciones utilizando las matrices de las muestras N.º1 a N.º 6 anteriores.

Relación de reducción de área: 13 %

Velocidad de trefilado: 500 m/min

5 Material de alambre: SUS 304

Lubricante: lubricante a base de aceite sintético

10 Después del trefilado, se midió una cantidad de expansión del agujero de cada una de las matrices. Las figuras 11 a 13 muestran un resultado del mismo.

15 Como se muestra en la Figura 11 a la Figura 13, se entiende que la resistencia al desgaste es más excelente ya que la inclinación relativa al plano (110) es menor. Adicionalmente, se entiende que cuando la inclinación es menor o igual a 8°, se exhibe una resistencia al desgaste mayor o igual que la de la matriz de diamante monocristalino del ejemplo comparativo.

En el índice de trefilado en el gráfico superior izquierdo, 1 representa una distancia de trefilado de 0,5 km.

20 En el gráfico inferior izquierdo, la cantidad de expansión del diámetro del agujero de la matriz cuando se realiza el trefilado durante 1 km se muestra como una cantidad de desgaste.

25 En las matrices de las muestras N.º1 a N.º 4 (diamante monocristalino de CVD; las superficies superior e inferior corresponden sustancialmente al plano (110) que sirve como productos de la presente invención, los ángulos de inclinación fueron de 0,1° a 15° y no se observó desgaste causante de la eliminación parcial. Como el ángulo de inclinación es menor, el desgaste es menor. En la matriz de la muestra N.º6 que sirve como ejemplo comparativo (síntesis de alta presión de un diamante monocristalino (HPHT); las superficies superior e inferior corresponden sustancialmente al plano (111))), la cantidad de desgaste fue mayor que la de cada uno de los productos de la presente invención. En la matriz de la muestra N.º 5 que sirve como ejemplo comparativo (diamante monocristalino natural (ND); las superficies superior e inferior corresponden sustancialmente al plano (111)), la cantidad de
30 desgaste fue mayor que la del producto de la presente invención. En el producto con un ángulo de inclinación de 10,4°, se observó desgaste que causó la eliminación parcial.

35 Cabe señalar que, aunque no se muestra en este ejemplo, en otra matriz (diamante monocristalino de síntesis a alta presión (HPHT); las superficies superior e inferior corresponden al plano (110)), la cantidad de desgaste es sustancialmente comparable a la de cada uno de los productos de la presente invención; sin embargo, dado que es difícil producir un diamante que tenga superficies superior e inferior correspondientes al plano (110), se incrementa el coste.

40 **[Ejemplo 2]**

(Preparación de material de diamante para la matriz de trefilado)

[Tabla 3]

	Muestra 11	Muestra 12	Muestra 13	Muestra 14	Muestra 15	Muestra 16	Muestra 17	Muestra 18	Muestra 19	Muestra 20	Muestra 21	
Cristal simiente	Tipo de cristal simiente (Método de Síntesis monocristalino)	Método HPHT (Tipo IIa)	Método HPHT (Tipo Ib)	Método de CVD	Método de CVD	Método de CVD	Método de CVD	Método de CVD				
	Ángulo de separación (°)	2	3	3	3	3	2	5	8	15	3	
	Dirección del ángulo de separación	<110>	<110>	<110>	<110>	<110>	<110>	<110>	<110>	<110>	<110>	
	Carga (kgf) durante el pulido	5 a 10	10 a 20	15 a 25	de 20 a 30	de 30 a 50	10 a 20	10 a 20	de 20 a 30	de 20 a 30	No pulido	
	Forma de seleccionar la dirección de pulido durante el pulido	Fijación Rotación	Fijación Rotación	Fijación Rotación	Fijación Rotación	Rotación Fijación	Rotación Fijación	Fijación Rotación	Fijación Rotación	Rotación Fijación	Rotación Fijación	
	Estado de los Puntos de defecto en la región reunida de defectos cristalin	Reunida	Reunida	Reunida	Reunida	Reunidas en forma de líneas	Reunidas en forma de líneas	Grupos reunidos	Grupos reunidos	Grupos reunidos en forma de líneas	Grupos reunidos en forma de líneas	
	Densidad de los puntos de defectos cristalin de simiente (mm ⁻²)	1	3	21	21	130	450	1500	2100	3100	3400	230
	Espesor del diamante de cristal simiente (mm)	1,6	1,8	3,2	3,5	1,7	3,5	1,6	1,6	3,2	3,2	0,7
	Tamaño del sustrato de simiente (mm ²)	4 x 4	4 x 4	4 x 4	4 x 4	4 x 4	4 x 4	4 x 4	4 x 4	4 x 4	4 x 4	4 x 4

[Tabla 4]

	Muestra 11	Muestra 12	Muestra 13	Muestra 14	Muestra 15	Muestra 16	Muestra 17	Muestra 18	Muestra 19	Muestra 20	Muestra 21
Estado de los Puntos de defecto en la región reunida de defectos cristalinos	Grupos reunidos en forma de líneas										
Número de grupos en paralelo en forma de líneas (en sustrato)	-	-	-	-	23	95	120	180	310	300	18
Densidad de puntos de defectos cristalinos (mm ⁻²)	2	22	90	310	1100	7500	14000	23000	50000	51000	1900
Densidad de dislocaciones combinadas (mm ⁻²)	0	5	22	80	320	2800	5500	9600	23000	21000	850
Número de capas de diamante monocristalino	1	1	1	1	1	1	2	3	3	3	2
Espesor del diamante monocristalino (µm)	0,6	0,7	0,8	0,9	0,8	1,1	1,2	1,1	1,1	1,1	1,2
Concentración de átomos de nitrógeno no sustituyentes (ppm)	1,1	3,3	5,8	9,6	44,4	19,7	31	49,55	109	190	24,8
Concentración de nitrógeno sustituyente (ppm)	0,1	0,2	0,2	0,4	0,6	0,3	0,1	0,45	1	9	0,2
Concentración de nitrógeno total (ppm)	1,2	3,5	6	10	45	20	31,1	50	111	199	25
Transmitancia (%) para longitud de onda de 400 nm	57	43	26	14	7	9	<1	<1	<1	<1	4
(Convertido en un espesor de 500 µm)											
Transmitancia (%) para longitud de onda de 600 nm	68	64	58	53	48	45	28	8	4	2	38
(Convertido en un espesor de 500 µm)											
Resistencia al mellado A (número de mellado)	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Resistencia al mellado B (número de mellado)	3	3	2	2	1	1	0	0	0	0	0

En un procedimiento similar al del Ejemplo 1, se prepararon muestras ligeramente diferentes (muestra 11 a muestra 21). En esta ocasión, se prepararon sustratos de cristal simiente de diamante que tenían superficies principales que tenían ángulos de separación de 2° a 15° con respecto al plano (001) en la dirección <1-10>, tenían un área de 4 mm x 4 mm y tenían un grosor de 0,7 a 3,5 mm. Los ángulos de inclinación de los ejes de los agujeros coincidieron con los ángulos de separación de los sustratos de simiente de la Tabla 3. Las condiciones de preparación de los sustratos de simiente fueron las mismas que las condiciones mostradas en el Ejemplo 1, excepto las que se muestran en la Tabla 3. Se obtuvieron los cristales individuales que se muestran en la Tabla 4.

El significado de "Rotación → Fijación" en la Tabla 3 es el mismo que el descrito en la Tabla 1. "Fijación → Rotación" indica un método en el que un sustrato hecho relativamente plano por un método general se fija y se pule durante 1 hora y luego se pule durante 2 horas mientras se hace girar. Con esto, es probable que se introduzcan defectos reunidos que no estén en forma de líneas. Las cargas durante el pulido en la Tabla 1 son cargas en los casos de "Rotación → Fijación" y "Fijación → Rotación". Como la superficie Como ha crecido de un sustrato formado por CVD es lisa, se pueden cultivar diamantes monocristalino sin pulir. Por lo tanto, también se realizó un experimento con respecto a un sustrato de simiente no pulido (muestra 21). En cada una de las tablas 3 y 4, la expresión "Grupos reunidos" indica que las áreas de los grupos están en contacto o se superponen entre sí y están conectadas entre sí. La expresión "Grupos reunidos en forma de líneas" indica que los grupos se agrupan para conectarse entre sí en forma de líneas alargadas. La expresión "Grupos" se refiere a una colección de puntos de defectos cristalinos que se basan en líneas de defectos cristalinos ramificadas desde el mismo punto de partida. La expresión "Puntos de defecto cristalino de cristal simiente" se refiere a una combinación de puntos de partida de grupos de líneas de defecto cristalino de una capa monocristalino y puntos de partida de líneas de defecto cristalino que no están en grupos. La expresión "Reunidos" indica que cuando se recolecta el 70 % de los puntos de defectos en un intervalo específico, se puede limitar un total de intervalos de puntos de defectos para que sean menores o iguales al 50 % del área del intervalo específico. En cuanto a los intervalos de los puntos de defectos, un intervalo de un punto de defecto es un intervalo que tiene un radio representado por una distancia al punto de defecto más cercano. La expresión "intercalada" se refiere a un estado en el que no hay una reunión definida como anteriormente.

(Evaluación preliminar)

El diamante monocristalino 20 se mecanizó en forma de borde de corte y se usó para cortar una pieza de trabajo con el fin de evaluar la resistencia al mellado. Para un cortador, se usó RF 4080R proporcionado por Sumitomo Electric Industries HardMetal. Para un chip limpiador, se usó SNEW 1204ADFR-WS proporcionado por Sumitomo Electric Industries HardMetal. Como torno, se usó NV 5000 proporcionado por MORI SEIKI. Se estableció una velocidad de corte de 2000 m/min, se ajustó una cantidad de corte a 0,05 mm y se ajustó una cantidad de alimentación a 0,05 mm/filo de corte. Para la pieza de trabajo, se utilizó un material de aluminio A5052. Después de cortar la pieza de trabajo durante 30 km, se realizó una evaluación de la resistencia al mellado (evaluación A) basada en el número de mellados de más de o igual a 5 µm en el borde del cortador. Para varias condiciones diferentes, se estableció una velocidad de corte de 2000 m/min, se ajustó una cantidad de corte a 0,10 mm y se ajustó una cantidad de alimentación a 0,10 mm/filo de corte. Para la pieza de trabajo, se utilizó un material de aluminio A5052. Después de cortar la pieza de trabajo durante 30 km, se realizó una evaluación de la resistencia al mellado (evaluación de B) basada en el número de mellados de más de o igual a 5 µm en el borde del cortador. Un resultado del mismo se muestra en la parte inferior de la Tabla 4.

(Preparación y evaluación de la matriz de trefilado)

Los diamantes monocristalinos e CVD (muestra 11 a muestra 21) producidos por el método descrito anteriormente se usaron para preparar muestras de matrices de diamantes que tienen cada una de las formas mostradas en la figura 1 a la figura 3 de la misma manera que en el ejemplo 1. En cada una de las matrices, como se muestra en la Figura 14 y la Figura 15, el diamante monocristalino 20 se cortó perpendicularmente a la superficie principal del mismo que tiene un ángulo de separación con respecto a la dirección <001> y se corta paralelo a la dirección <110>. Para la preparación, el diamante 20 monocristalino se cortó en un paralelepípedo rectangular de modo que una superficie de corte resultante 202 sirve como superficie principal en la que se formará el agujero 14 de la matriz (superficie superior 5 y superficie inferior 6; el agujero 14 se forma perpendicular a esta superficie principal). Por lo tanto, cada una de las muestras de matriz A11 a A21 se produjo de tal manera que el ángulo de inclinación del eje del agujero coincidió con el ángulo de separación del sustrato simiente de la Tabla 3 en relación con la dirección <1-10>. Las muestras de matriz A11 a A21 están constituidas por las muestras 11 a 21.

Por otra parte, en el caso de la formación de matrices, cada una de las cuales tiene superficies superiores e inferiores correspondientes sustancialmente al plano (001) y provistas de un agujero que tiene un eje, utilizando la muestra 12, la muestra 17, la muestra 20 y la muestra 21, cada uno de los diamantes monocristalino se cortó en un paralelepípedo rectangular para tener una superficie principal que tiene un ángulo de separación con respecto a la dirección <001> que sirve como una superficie principal en la que se iba a formar el agujero del dado (el agujero debía ser formado perpendicular a esta superficie principal). El ángulo de inclinación del eje del agujero en este caso coincide con el ángulo de separación con respecto al plano (001) en la Tabla 3 (muestras de matriz B12, B17, B20, B21). Muere las muestras B12, B17, B20, B21 están constituidos por las muestras 12, 17, 20, 21.

Mientras tanto, en el caso de la formación de matrices, cada una de las cuales tiene superficies superiores e inferiores correspondientes sustancialmente al plano (111) y provistas de un agujero que tiene un eje, utilizando la muestra 13, la muestra 18 y la muestra 19, cada uno de los diamantes monocristalinos 20 se cortó perpendicular a la superficie principal que tiene un ángulo de separación con respecto a la dirección <001> y paralelo a la dirección <110> como se muestra en la figura 16 y se cortó perpendicular a una superficie de corte resultante 203 y perpendicular a una dirección obtenida rotando desde la dirección <001> a la dirección <110> en θ_2 ($54,7^\circ$: (1-10) en ángulo plano) como se muestra en la Figura 17. Dado que los diamantes monocristalinos 20 se cortaron en paralelepípedos rectangulares, de modo que las superficies de corte resultantes sirven como superficies principales en las que se formaron los agujeros de las matrices (los agujeros se formaron perpendiculares a estas superficies principales), los ángulos de inclinación de los ejes de los agujeros fueron $1,7^\circ$, $2,9^\circ$ y $4,6^\circ$ con respecto al plano (111) (muestras de matriz C13, C18, C19). Muere las muestras C13, C18, C19 (ejemplos de referencia) están constituidos por las muestras 13, 18, 19. Las muestras con pequeñas resistencias al mellado en la evaluación preliminar, es decir, muestras con más de o igual a cinco mellados en la evaluación preliminar, es decir, muestras de diamante, con el resultado de que las matrices no pudieron producirse; sin embargo, cada una de las muestras de matriz A11 a A21 del presente ejemplo exhibió una resistencia al desgaste comparable a las de las muestras 1 a 4 de la Tabla 2 del Ejemplo 1. Cada una de las muestras de matriz B12, B17, B20, B21, C13, C18, C19 del presente ejemplo tenía una cantidad de desgaste menor que las de las muestras 5 y 6 de la Tabla 2 del Ejemplo 1.

La porción de metal de cada matriz se fundió para eliminar el diamante monocristalino. La punta de diamante monocristalino provista con el agujero se evaluó en transmitancia o similar utilizando topografía de rayos X, SIMS, ESR y microscopio. Como resultado, se pudo confirmar que la matriz producido a partir del cristal único de diamante tenía las características originales de la Tabla 1 y la Tabla 4. El eje del agujero y la orientación del plano de cristal se confirmaron y evaluaron usando difracción de rayos X con el chip fijado a un sustrato de tal manera que una dirección perpendicular corresponde a una dirección en la que una pluralidad de contornos del agujero cuando se ve en la dirección del eje del agujero usando un microscopio (contornos del círculo más externo en el que el agujero cruza el paralelepípedo rectangular del chip, el círculo más interno que puede confirmarse como el diámetro mínimo en el agujero, y similares) son concéntricos. La evaluación con los rayos X se realizó de la misma manera que en un método general de evaluación de fluctuaciones, ángulo de separación o figura polar de cristal monocristalino en forma de placa. Dado que la dirección perpendicular del sustrato coincide con la dirección del eje del agujero, se puede confirmar el ángulo de inclinación del eje del agujero.

Las realizaciones y ejemplos desvelados en el presente documento son ilustrativos y no restrictivos en ningún aspecto.

Lista de signos de referencia

1: diamante; 1a: porción de campana; 1b: porción de aproximación; 1c: porción de reducción; 1d: porción de soporte; 1e: porción de alivio posterior; 1f: porción de salida; 2: aleación sinterizada; 3: caja; 4: matriz de diamante; 5: primera superficie; 6: segunda superficie; 11: entrada; 12: salida; 13: pared lateral; 14: agujero; 15: eje.

REIVINDICACIONES

1. Una matriz de diamante (4) que comprende un diamante (1) provisto de un agujero (14) para trefilar un material de alambre,
- 5 siendo el diamante (1) un diamante monocristalino de CVD (1), teniendo el diamante (1) una superficie superior y una superficie inferior y extendiéndose el agujero de la matriz desde la superficie superior a la superficie inferior, estando dicho agujero (14) formado perpendicular a la superficie superior y la superficie inferior, estando un eje (15) del agujero (14) inclinado en relación con una dirección normal de un plano de cristal del diamante (1),
- 10 **caracterizado por que** las superficies superior e inferior del diamante (1) son superficies inclinadas con respecto a un plano (110) de $0,1^\circ$ a 15° .
2. Una matriz de diamante (4) que comprende un diamante (1) provisto de un agujero (14) para trefilar un material de alambre,
- 15 siendo el diamante (1) un diamante monocristalino de CVD (1), teniendo el diamante (1) una superficie superior y una superficie inferior y extendiéndose el agujero de la matriz desde la superficie superior a la superficie inferior, estando dicho agujero (14) formado perpendicular a la superficie superior y la superficie inferior, estando un eje (15) del agujero (14) inclinado en relación con una dirección normal de un plano de cristal del diamante (1),
- 20 **caracterizado por que** las superficies superior e inferior del diamante (1) son superficies inclinadas con respecto a un plano (100) de $0,1^\circ$ a 15° .
3. La matriz de diamante (4) de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en la que el agujero (14) incluye una porción de reducción (1c), una porción de soporte (1d) que tiene un diámetro D, una porción de alivio posterior (1e) y una porción de salida (1f) en una dirección desde un lado corriente arriba a un lado corriente abajo del flujo del material de alambre para definir el agujero (14), y una longitud de la porción de soporte (1d) es mayor o igual a $0,4D$ y menor o igual a $1,5D$ en una forma del agujero (14) en una sección transversal a lo largo del eje (15) del agujero (14).
- 25
4. La matriz de diamante (4) de acuerdo con la reivindicación 3, en la que el diámetro D es inferior a $50 \mu\text{m}$ y una forma de sección transversal del agujero (14) desde la porción de alivio posterior (1e) a la porción de salida (1f) es una forma curva rebajada.
- 30
5. La matriz de diamante (4) de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que la matriz de diamante (4) es adecuada para usar con una relación de reducción de área de más o igual al 8 % y menor o igual al 25 % durante el trefilado.
- 35
6. La matriz de diamante (4) de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en la que la matriz de diamante (4) es adecuada para estirar cualquiera de los alambres de metal o alambres en los que se proporcionan varios tipos de chapado metálico a los alambres de metal, incluyendo los alambres de metal un alambre de metal a base de cobre, un alambre de metal a base de hierro, un alambre de oro, un alambre de plata, un alambre de latón, un alambre de aluminio, un alambre de aleación de aluminio y un alambre de tungsteno.
- 40
7. La matriz de diamante (4) de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que se usa un diamante monocristalino (1) para el diamante (1) y en una imagen de topografía de rayos X para una superficie principal de crecimiento cristalino del diamante monocristalino (1), se Reúnen grupos de puntos de defectos cristalinos, siendo cada uno de los puntos de defecto del cristal un punto terminal de una línea de defecto del cristal que alcanza la superficie principal del crecimiento del cristal, representando la línea de defecto cristalino una línea en la que existe un defecto cristalino, y una densidad de los puntos de defecto cristalino es más de 2 mm^{-2} .
- 45
8. La matriz de diamante (4) de acuerdo con la reivindicación 7, en la que una densidad de puntos de dislocación combinada de los puntos de defectos cristalinos es más de 2 mm^{-2} , cada uno de los puntos de dislocación combinados es un punto terminal de una dislocación combinada que alcanza la superficie principal de crecimiento del cristal, la dislocación combinada resultante de una combinación de al menos cualquiera de una pluralidad de dislocaciones de borde y una pluralidad de dislocaciones de tornillo.
- 50
9. La matriz de diamante (4) de acuerdo con la reivindicación 7 u 8, en la que el diamante (1) incluye dos superficies principales y una pluralidad de capas de diamante monocristalino situadas entre las dos superficies principales, y la línea de defecto cristalino se ramifica en una pluralidad de líneas de defecto cristalino en un límite entre las dos capas de diamantes monocristalino para aumentar el número de líneas de defectos cristalinos hacia una de las superficies principales.
- 55
- 60
10. La matriz de diamante (4) de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, en la que una pluralidad de regiones reunidas en forma de línea de defecto cristalino existen en paralelo, y en la pluralidad de regiones reunidas en forma de línea de defecto cristalino, grupos de puntos de defectos cristalinos se extienden en forma de líneas.
- 65

11. La matriz de diamante (4) de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 10, en la que más que o igual a 1 ppm de átomos de nitrógeno están contenidos como átomos de impureza en el diamante monocristalino (1), y los átomos de nitrógeno son átomos de nitrógeno distintos de los átomos de nitrógeno sustituyentes aislados.
- 5
12. La matriz de diamante (4) de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 11, en la que una transmitancia para la luz de 400 nm es menor o igual al 60 % cuando el grosor del diamante monocristalino (1) se mide en 500 μm o se convierte en 500 μm .
- 10
13. La matriz de diamante (4) de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en la que el eje (15) del agujero (14) está inclinado con respecto a la dirección normal del plano de cristal del diamante (1) en 1° a 8° .

FIG.1

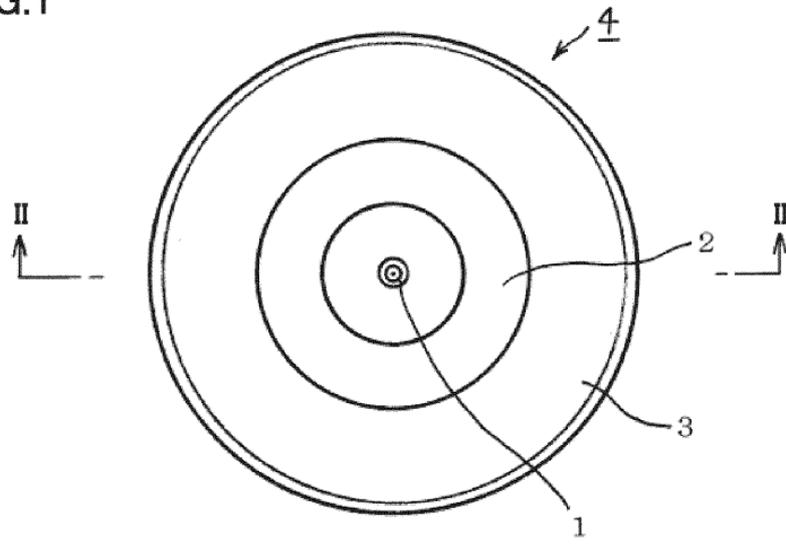


FIG.2

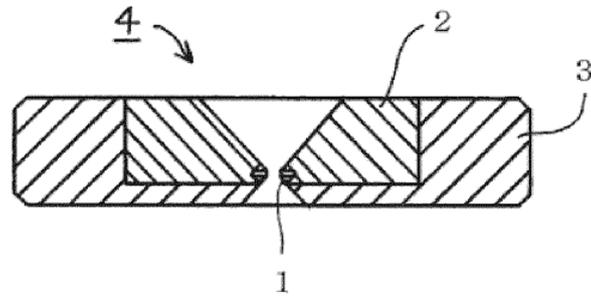


FIG.3

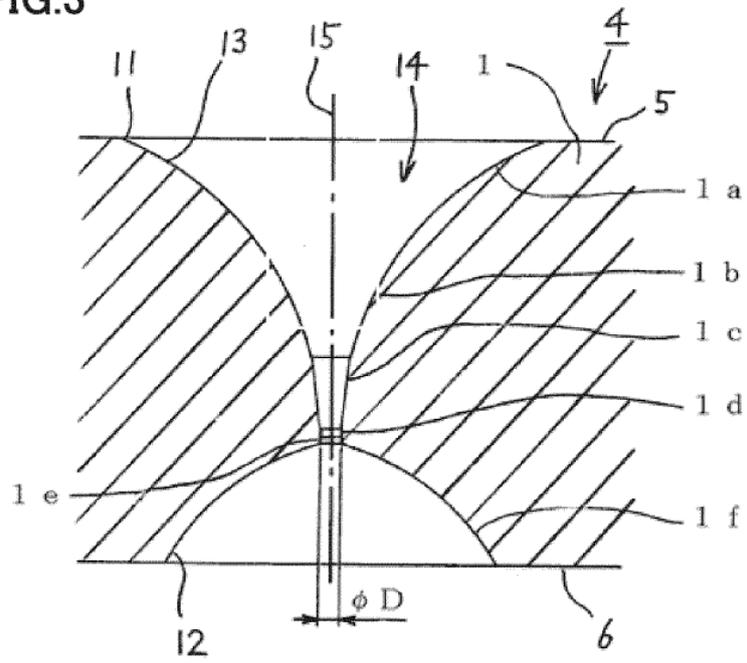


FIG.4

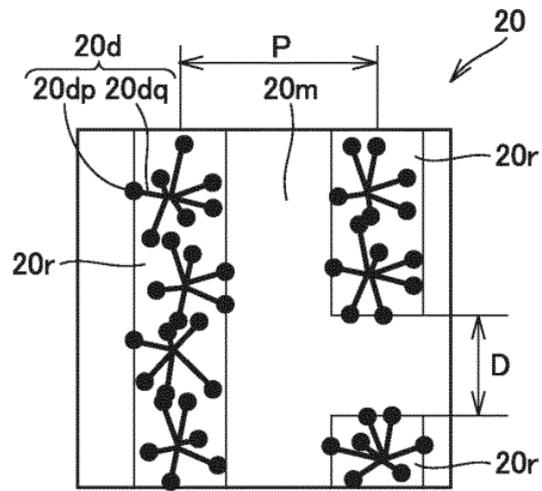


FIG.5

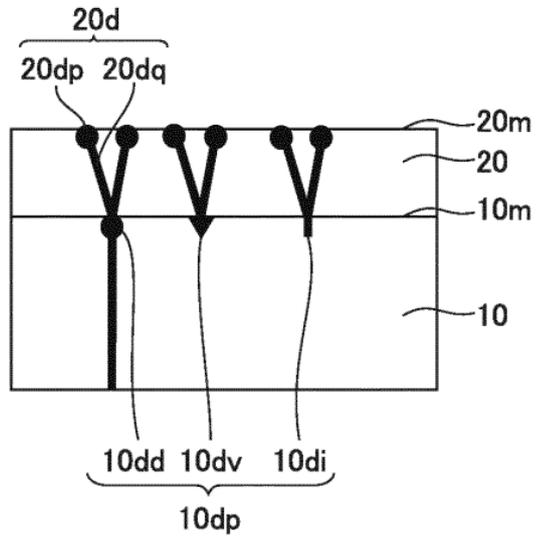


FIG.6

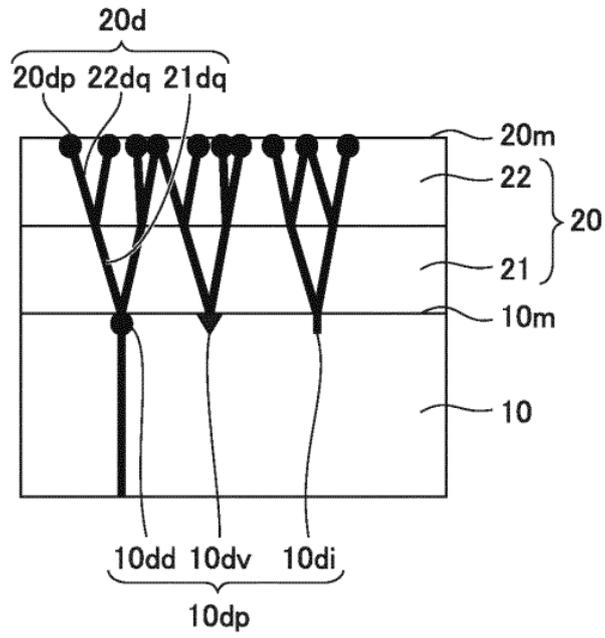
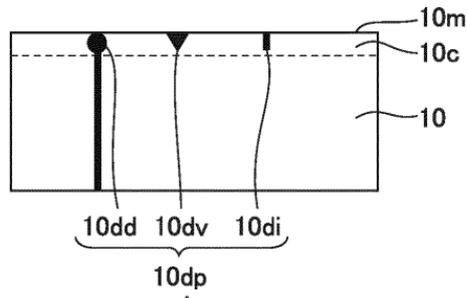
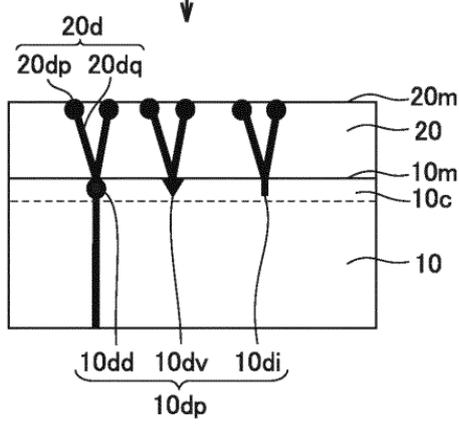


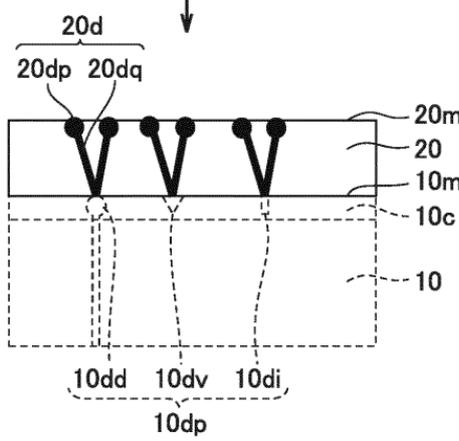
FIG.7 (A)



(B)



(C)



(D)

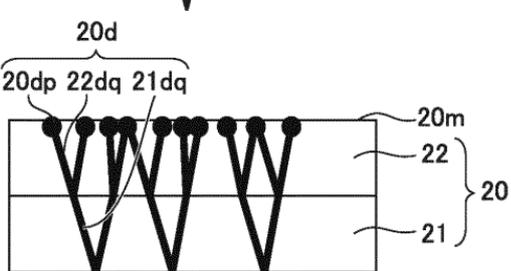


FIG.8

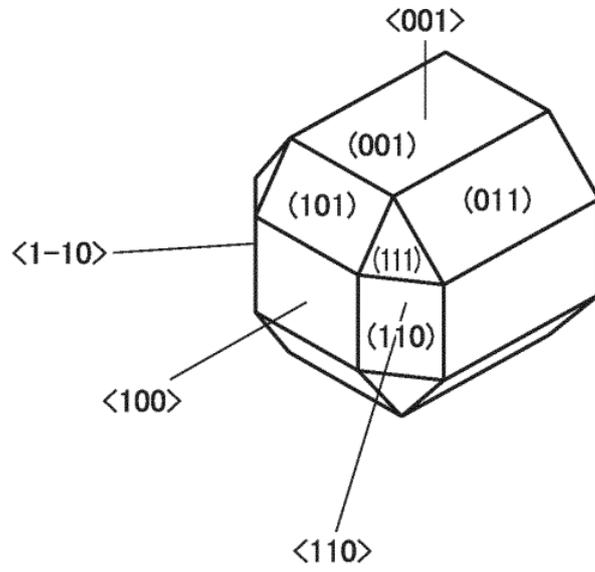


FIG.9

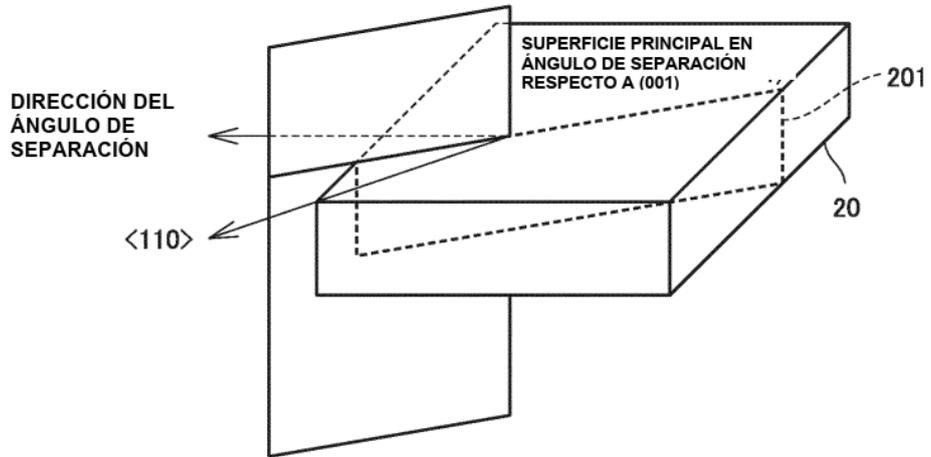


FIG.10

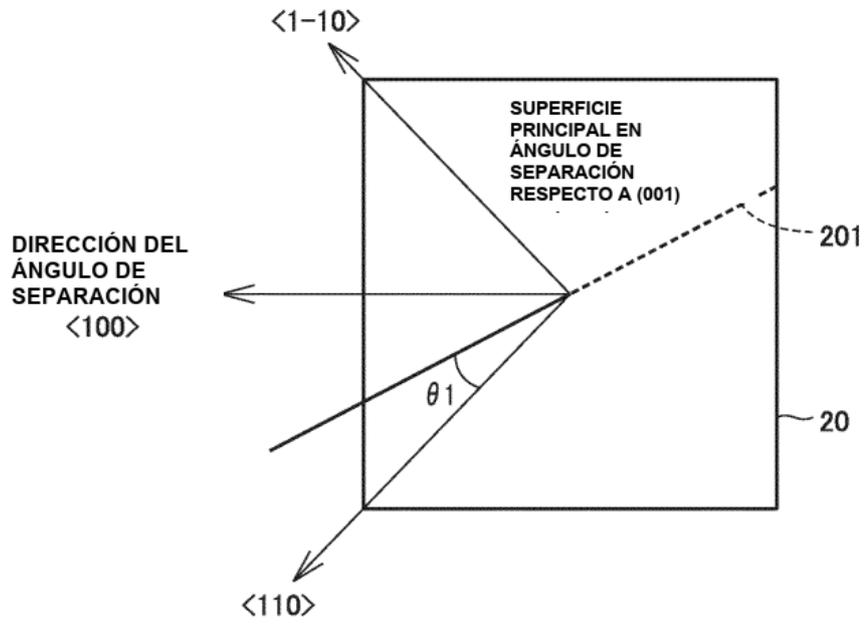


FIG.11

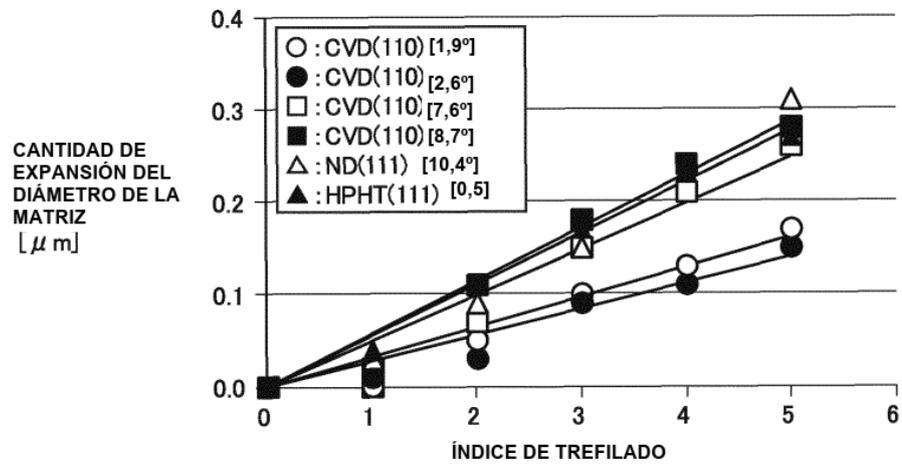


FIG.12

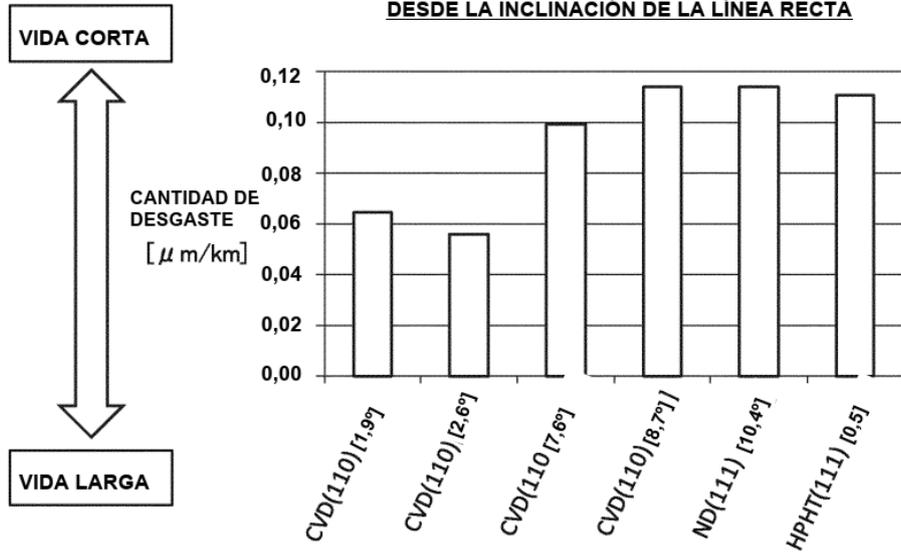


FIG.13

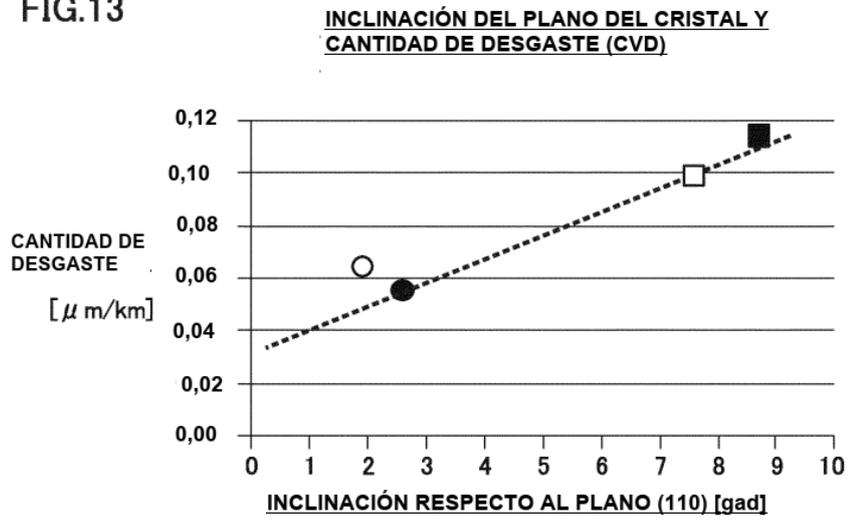


FIG.14

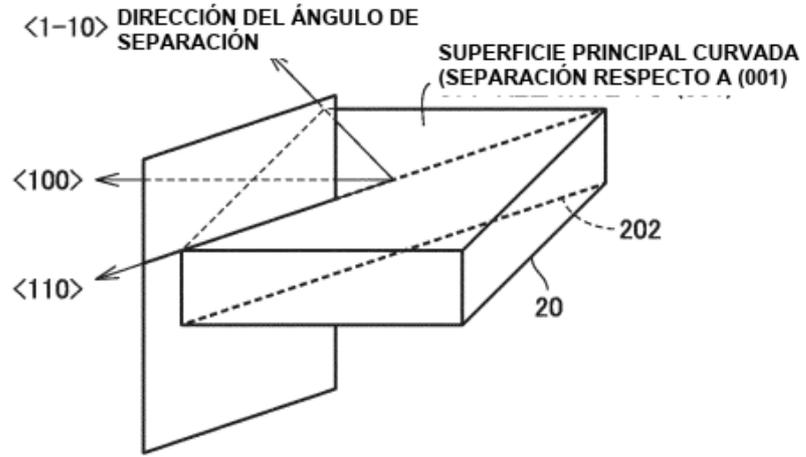


FIG.15

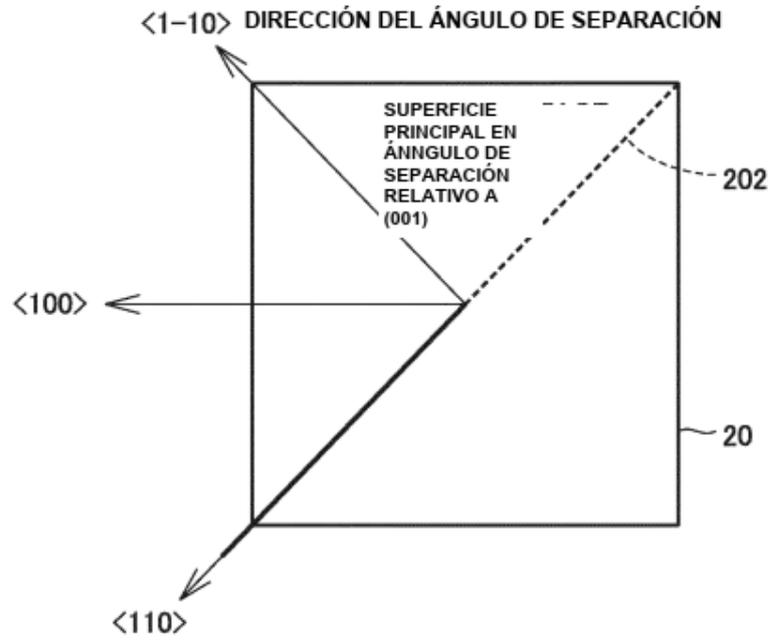


FIG.16

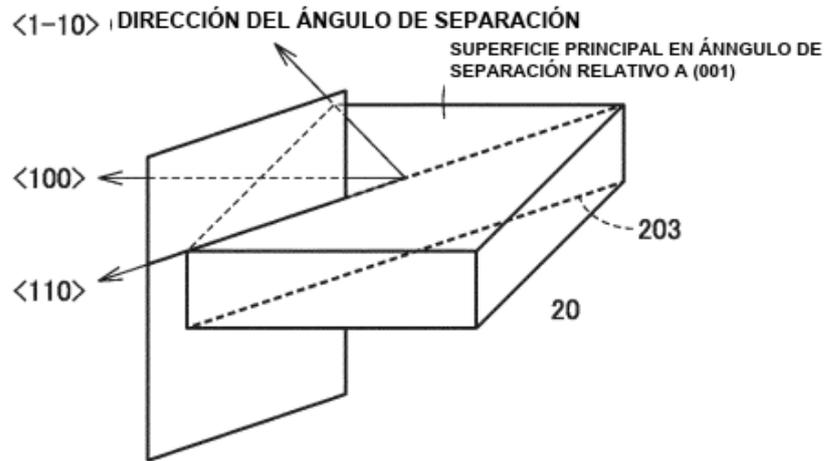


FIG.17

