



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103710748 B

(45) 授权公告日 2016. 04. 06

(21) 申请号 201310682686. 2

(22) 申请日 2013. 12. 12

(73) 专利权人 王宏兴

地址 710049 陕西省西安市咸宁西路 28 号

(72) 发明人 王宏兴

(74) 专利代理机构 陕西增瑞律师事务所 61219

代理人 张瑞琪

(51) Int. Cl.

C30B 29/04(2006. 01)

C30B 25/16(2006. 01)

(56) 对比文件

EP 0574263 A1, 1993. 12. 15,

JP 特开平 6-32697 A, 1994. 02. 08,

CN 1096548 A, 1994. 12. 21,

EP 0445754 B1, 1996. 02. 14,

JP 特开平 10-316491 A, 1998. 12. 02,

CN 101037793 A, 2007. 09. 19,

CN 102021649 A, 2011. 04. 20,

C. J. Tang et al. Synthesis and

structural characterization of highly /10

0S-oriented {10 0}-faceted nanocrystalline

diamond films by microwave plasma chemical vapor deposition. 《Journal of Crystal Growth》. 2009, 第 311 卷 (第 8 期), 第 2258-2264 页.

C. J. Tang et al. A new regime for high rate growth of nanocrystalline diamond films using high power and CH₄/H₂/N₂/O₂ plasma. 《Diamond & Related Materials》. 2011, 第 20 卷 (第 3 期), 第 304-309 页.

审查员 程愉悛

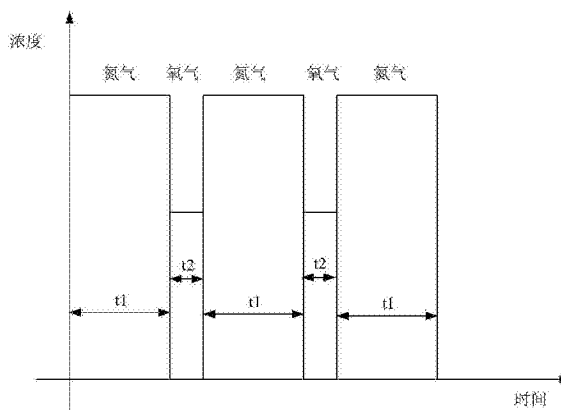
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种单晶金刚石薄膜的生长方法

(57) 摘要

本发明公开一种高质量高速度单晶金刚石薄膜的生长方法,包括:在置于沉积腔中的单晶金刚石衬底表面上通过微波等离子体气相沉积方法在生长温度一定的条件下生长单晶金刚石薄膜,在沉积腔中导入反应气体,气体包括甲烷、氢气、氮气和氧气,其中氮气和氧气的导入方式为交替导入。本发明解决现有技术中生长的单晶金刚石薄膜颜色会变化,甚至变成深棕色,薄膜的晶体质量也会变差,限制了单晶金刚石薄膜在科学研究、光学、半导体和加工等领域的应用的技术问题。



1. 一种单晶金刚石薄膜的生长方法,其特征在于,包括:

在置于沉积腔中的单晶金刚石衬底表面上通过微波等离子体气相沉积方法在生长温度一定的条件下外延生长单晶金刚石薄膜,在沉积腔中导入反应气体,反应气体包括甲烷、氢气、氮气和氧气,

其中,氮气和氧气的导入方式为交替导入,交替导入具体方法是:导入1个单位时间的氮气后,导入0.1-1个单位时间的氧气,1个单位时间为1分钟至30分钟;导入甲烷的气流量为20-200Sccm,氢气为500-1000Sccm,氮气的流量为0.1-6Sccm,氧气的流量为0.04-6Sccm。

2. 根据权利要求1所述的一种单晶金刚石薄膜的生长方法,其特征在于,还包括:控制金刚石生长表面的温度,以使所述金刚石生长表面的温度梯度少于20℃。

3. 根据权利要求2所述的一种单晶金刚石薄膜的生长方法,其特征在于,所述生长温度是800-1250℃,沉积腔中的气压为80-200Torr。

一种单晶金刚石薄膜的生长方法

技术领域

[0001] 本发明涉及微波等离子体生长金刚石薄膜领域,特别涉及一种单晶金刚石薄膜的生长方法。

背景技术

[0002] 大尺寸人造单晶金刚石的生产工艺一直是工业生产和科学研究的热点。金刚石是一种硬度极大的物质,其在热、电、声、光和机械方面都有非常优异的特性,尤其是在科学研究、光学、半导体和加工等领域有非常广泛的用途。

[0003] 近二十年,通过化学气相沉积 (Chemical Vapor Deposition, 简称 CVD) 工艺来开发金刚石薄膜。化学气相沉积是反应气体在气态条件下发生化学反应,反应生成物质沉积在被加热的固态衬底表面,进而制得固体材料薄膜的工艺技术。

[0004] 再后来,微波等离子体气相沉积 (Microwave Plasma Chemical Vapor Deposition, 简称 MPCVD) 工艺被应用到了金刚石的生长中,其工作压力为 1-8kPa(千帕),温度为 800-1000° (摄氏度),微波功率为 300-700W(瓦),微波频率为 2.45GHz(千兆赫),使用的气体为浓度为 1-3%的甲烷,在上述条件下,最大的生长为每小时 3 μm(微米)。

[0005] 当使用化学气相沉积技术在单晶金刚石衬底 (100) 面上外延生长单晶金刚石薄膜时,甲烷和氢气是主要反应气体,这两种气体是在整个过程中是持续导入到沉积腔内的,同时,现有技术还通入氮气,可以增加金刚石核的形成速度和金刚石薄膜的生长速度,抑制 (111) 方向的生长。

[0006] 发明人在实现上述技术的过程中,发现现有技术中至少存在以下技术问题:

[0007] 生长的单晶金刚石薄膜颜色会发生变化,甚至变成深棕色,晶体质量也会随之变差,这大大限制了单晶金刚石薄膜在科学研究、光学、半导体和加工等领域的应用。

发明内容

[0008] 本发明目的是提供一种单晶金刚石薄膜的生长方法,解决现有技术中生长的单晶金刚石薄膜颜色变化,甚至成深棕色,薄膜的晶体质量变差,限制了单晶金刚石薄膜在科学研究、光学、半导体和加工等领域的应用的技术问题。

[0009] 本发明所采用的技术方案是:一种单晶金刚石薄膜的生长方法,包括:在置于沉积腔中的单晶金刚石衬底表面上通过微波等离子体气相沉积方法在生长温度一定的条件下外延生长单晶金刚石薄膜,在沉积腔中导入反应气体,反应气体包括甲烷、氢气、氮气和氧气,其中,氮气和氧气的导入方式为交替导入。

[0010] 进一步的,交替导入具体方法是:导入 1 个单位时间的氮气后,导入 0.1-1 个单位时间的氧气,1 个单位时间为 1 分钟至 30 分钟。

[0011] 进一步的,还包括:控制金刚石生长表面的温度,以使金刚石生长表面的温度梯度少于 20°C。

[0012] 进一步的,导入甲烷的气流量为 20-200Sccm, 氢气为 500-1000Sccm, 氮气的流量

为 0.1-6Sccm,氧气的流量为 0.04-6Sccm。

[0013] 进一步的,生长温度是 800-1250℃,沉积腔中的气压为 80-200Torr。

[0014] 本发明提供一种单晶金刚石薄膜的生长方法,不仅可以增加单晶金刚石的成膜速度,减少金刚石薄膜中杂质的导入,抑制非金刚石结构和金刚石裂纹的产生,还能保持生长的单晶金刚石薄膜质量、保持透明,可以使之广泛应用于科学研究、光学、半导体和加工等领域。

附图说明

[0015] 图 1 为本发明交替导入氮气或氧气时间轴的示意图。

具体实施方式

[0016] 本发明在生长单晶金刚石薄膜时,导入少量氧气,可以清除氮的杂质,减少因氮的掺入在每个氮原子的附近形成的碳空位,并减少硅和氢的杂质水平。总之,本发明在保持一定的生长速率的同时,可以消除单晶金刚石薄膜中的杂质和空位等缺陷,不但形成透明无色的单晶金刚石薄膜,而且提高单晶金刚石薄膜的质量。

[0017] 本发明一种单晶金刚石薄膜的生长方法,包括:控制金刚石生长表面的温度,以使所述金刚石生长表面的温度梯度少于 20℃;在置于沉积腔中的单晶金刚石衬底表面上通过微波等离子体气相沉积方法在生长温度一定的条件下生长单晶金刚石薄膜,在沉积腔中导入反应气体,气体包括甲烷、氢气、氮气和氧气,氮气和氧气的导入方式为交替导入。

[0018] 交替导入具体方法是:导入 1 个单位时间的氮气后,导入 0.1-1 个单位时间的氧气,1 个单位时间为 1 分钟至 30 分钟;导入甲烷的气流量为 20-200Sccm,氢气为 500-1000Sccm,氮气的流量为 0.1-6Sccm,氧气的流量为 0.04-6Sccm;

[0019] 本实施例中,金刚石生长温度是 800-1250℃,一般而言,比较适应的温度为 850℃、1000℃或 1200℃等。沉积腔中的气压为 80-200Torr (1Torr = 133pa),比较适应的气压为 120Torr 或 160Torr。

[0020] 为进一步说明交替导入氮气或氧气,现结合图 1 具体说明,设通入氮气的时间为 t1,导入氧气的时间为 t2, t1 与 t2 的时间比为 1:0.1-1。

[0021] 若沉积腔中一直导入氮气,形成的金刚石的颜色会变黄,甚至出现深棕色,使用氧气和氮气交替导入沉积腔时,可以解决上述问题。除此之外,在沉积腔中导入氧气后,还可以降低生长薄膜中不必要的杂质元素掺入。

[0022] 为更清楚,现对利用上述方法生长单晶金刚石薄膜所采用的系统进行简要叙述,该系统为微波等离子体化学气相沉积系统,包括一个沉积腔、微波导入装置,反应气体导入装置和控制装置。该系统采用 6KW(千瓦)的微波电源,微波频率为 2.45GHz,当然可以根据对沉积区域和沉积速率的需求而选择不同的系统。

[0023] 下面对金刚石生长的具体方法进行叙述:

[0024] 首先在位于微波等离子体化学气相沉积系统的沉积腔内部的下方的样品台上放置并固定需要生长的单晶金刚石衬底;

[0025] 然后测量金刚石衬底表面的温度:温度传感器测量生长表面的温度,最好是测量金刚石上表面的温度,把测量值传送至该系统的中央处理器。显然在测量温度的步骤中,该

测量值应该包括整个生长表面的温度梯度,而不是某一个局部;

[0026] 中央处理器的任务是将衬底表面的生长温度控制在一定的范围内,整个生长表面的温度梯度维持在 20 摄氏度以内。

[0027] 在单晶金刚石衬底表面上保持温度一定的条件下外延生长单晶金刚石薄膜,在沉积腔中导入反应气体,气体包括甲烷、氢气、氮气和氧气,其中氮气和氧气的导入方式为交替导入。

[0028] 当金刚石的生长厚度达到预定的厚度时,该生长过程终止,检验金刚石外延生长薄膜的厚度是否到达预设定的厚度值的方法可以通过机械机构来实际测量,也可以通过光学手段来测量。

[0029] 单晶金刚石薄膜沿着至少一个方向生长。

[0030] 在可能的情况下,在外延生长单晶金刚石的过程中,可转动金刚石衬底,以使单晶金刚石薄膜的温度均匀。

[0031] 本发明提供一种单晶金刚石薄膜的生长方法,不仅可以增加单晶金刚石外延生长的成膜速度,减少一些杂质掺入金刚石薄膜中,抑制非金刚石结构和金刚石裂纹的产生,还能保持生长的单晶金刚石薄膜质量、保持透明,可以使之广泛应用于科学研究、光学、半导体和加工等领域。

[0032] 以上,仅为本发明的具体实施方式,但本发明的保护范围并不局限于此,任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明揭露的技术范围内,可轻易想到的变化或替换,都应涵盖在本发明的保护范围之内。因此,本发明的保护范围应以权利要求的保护范围为准。

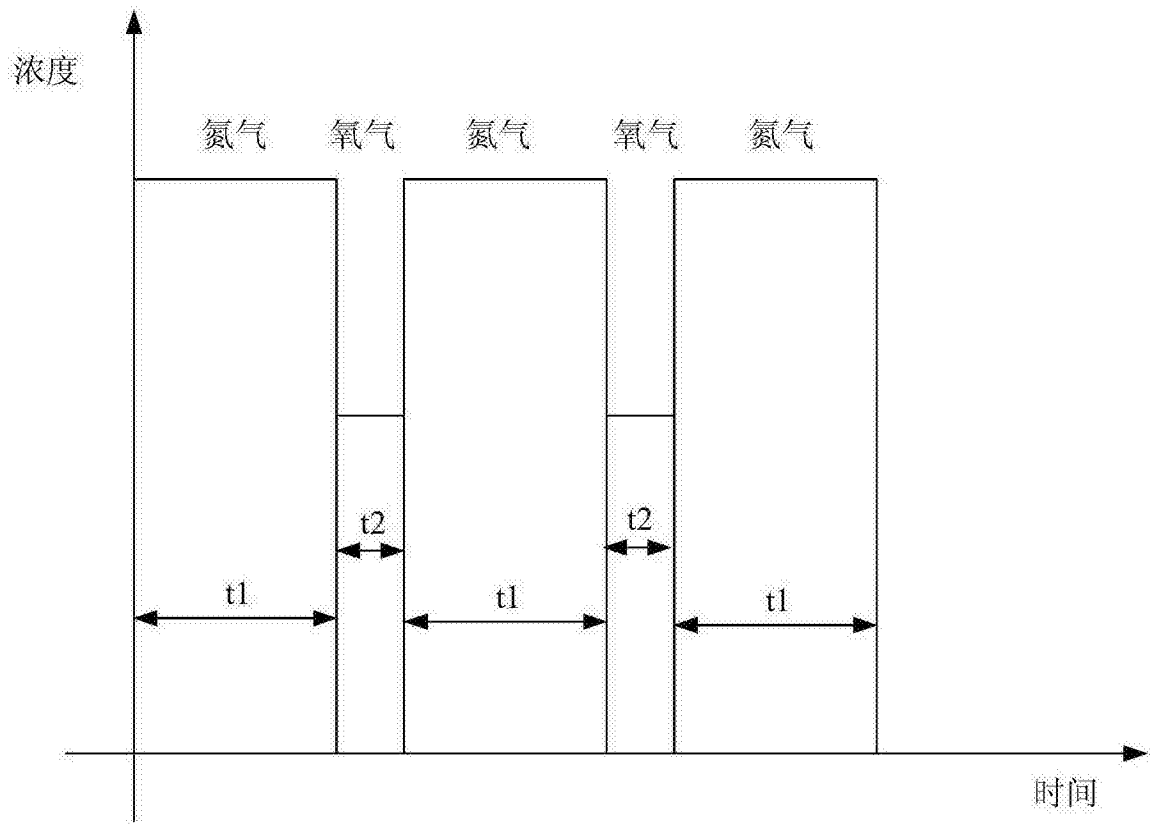


图 1