

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-24067

(P2010-24067A)

(43) 公開日 平成22年2月4日 (2010. 2. 4)

(51) Int. Cl.		F I			テーマコード (参考)	
C 3 0 B	29/04	(2006.01)	C 3 0 B	29/04	P	4 G 0 7 7
C 2 3 C	16/27	(2006.01)	C 2 3 C	16/27		4 K 0 3 0
H 0 1 L	21/205	(2006.01)	H 0 1 L	21/205		5 F 0 4 5

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2008-184490 (P2008-184490)	(71) 出願人	000002130
(22) 出願日	平成20年7月16日 (2008. 7. 16)		住友電気工業株式会社
			大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号
		(74) 代理人	100116713
			弁理士 酒井 正己
		(74) 代理人	100094709
			弁理士 加々美 紀雄
		(74) 代理人	100117145
			弁理士 小松 純
		(72) 発明者	泉 健二
			兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友
			電気工業株式会社伊丹製作所内
		(72) 発明者	目黒 貴一
			兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友
			電気工業株式会社伊丹製作所内
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ダイヤモンド単結晶基板及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 気相合成法により高品質で大型な単結晶を作製することを可能とするダイヤモンド単結晶基板を提供すること

【解決手段】 一部、又は全てが気相合成法で作製したダイヤモンド単結晶である基板において基板内で厚み分布がある面を持ち、厚みの最大部分と最小部分との比（最大厚み／最小厚み）が1.05以上1.3以下であり、厚みの最大部分が該基板の面積で外周位置にあり、厚みの最小部分が最大部分よりも基板中央部分にあることを特徴とするダイヤモンド単結晶基板。

【選択図】 図1

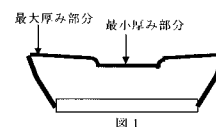


図 1

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

一部、又は全てが気相合成法で作製したダイヤモンド単結晶である基板において基板内で厚み分布がある面を持ち、厚みの最大部分と最小部分との比（最大厚み／最小厚み）が 1.05 以上 1.3 以下であり、厚みの最大部分が該基板の面積で外周位置にあり、厚みの最小部分が最大部分よりも基板中央部分にあることを特徴とするダイヤモンド単結晶基板。

【請求項 2】

前記の基板内で厚み分布がある面が気相合成法で作製されたダイヤモンド単結晶からなることを特徴とする請求項 1 記載のダイヤモンド単結晶基板。

10

【請求項 3】

ダイヤモンド単結晶における気相合成法で作製された部分が 5～1000 ppm の窒素原子を含有していることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載のダイヤモンド単結晶基板。

【請求項 4】

請求項 1～3 のいずれかに記載のダイヤモンド単結晶基板上に気相合成法によってダイヤモンドをエピタキシャル成長させることを特徴とするダイヤモンド単結晶基板の製造方法。

【請求項 5】

請求項 4 に記載の製造方法によって得られたことを特徴とするダイヤモンド単結晶基板。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ダイヤモンド単結晶基板とその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

ダイヤモンドは高熱伝導率、高い電子・正孔移動度、高い絶縁破壊電界強度、低誘電損失、そして広いバンドギャップといった、半導体材料として他に類を見ない、優れた特性を数多く備えている。特に近年では、広いバンドギャップを活かした紫外発光素子や、優れた高周波特性を持つ電界効果トランジスタなどが開発されつつある。このような用途に利用されるに際し、基板の大型化は必須技術であり、小さなサイズの基板からエピタキシャル成長させることで大型化する方法が一般的である。

30

【0003】

例えば、マイクロ波プラズマ CVD 法によるダイヤモンド単結晶成長において、水素、炭素源ガス例えばメタンガスを使うことに加えて、窒素ガスを同時に導入し、ダイヤモンド基板の載置部が外周縁部に対して隆起した形状の基板支持体を用いることによって、ダイヤモンドを高速に成長させる方法が開示されている（特許文献 1 参照）

しかしながら、特許文献 1 には前記の方法により基板の厚み方向の成長速度が増したことについては記載されているが、基板の幅方向への成長については何ら開示がない。

【0004】

40

また特許文献 2 には、基板載置部が凹部によって形成されている金属製の基板支持体を用い、この凹部にダイヤモンド種結晶からなる基板を載置し、凹部の内壁面と基板の側面との間隔を変化させることによって、ダイヤモンドの表面形状を凸状や凹状になるように制御することが記載されており、成長したダイヤモンドを目的とする形状に研磨する必要があることが記載されている。

特許文献 2 には、凹凸の大きさについては規定されていないが、従来の技術の問題点について、「成長したダイヤモンドを目的とする形状に研磨することが必要となり、これが作業時間、コストの増大の一因となっている」と記載されていることから、凹凸の大きさをできるだけ小さくするように制御するための技術を発明したものである。

【0005】

50

しかし、表面において厚み分布が凸型である場合には更に気相合成で成長を行う際に横方向への成長速度が遅くなり大型サイズの単結晶作製が困難となり、凹型である場合にも厚みの最大部分と最小部分の比が一定の値よりも小さい場合には同様である。また、凹型で厚みの最大部分と最小部分の比が一定の値よりも大きくなりすぎた場合には、種基板の表面 例えば (100) 面に対して平行ではなく斜面：(100) とは異なる面ができてしまい、この面は多結晶生成の原因となってしまう。

【0006】

【特許文献1】特開2005-255507号公報

【特許文献2】特開2007-191362号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、気相合成法により高品質で大型な単結晶を作製することを可能とするダイヤモンド単結晶基板を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者等はダイヤモンド単結晶において成長面の形状を規定することにより、高品質で大型な単結晶を作製することが可能であることを見出して本発明を完成した。

すなわち、本発明は以下の構成を有するダイヤモンド単結晶及びその製造方法に係るものである。

(1) 一部、又は全てが気相合成法で作製したダイヤモンド単結晶である基板において基板内で厚み分布がある面を持ち、厚みの最大部分と最小部分との比(最大厚み/最小厚み)が1.05以上1.3以下であり、厚みの最大部分が該基板の面積で外周位置にあり、厚みの最小部分が最大部分よりも基板中央部分にあることを特徴とするダイヤモンド単結晶基板。

(2) 前記の基板内で厚み分布がある面が気相合成法で作製されたダイヤモンド単結晶からなることを特徴とする(1)に記載のダイヤモンド単結晶基板。

(3) ダイヤモンド単結晶における気相合成法で作製された部分が5~1000ppmの窒素原子を含有していることを特徴とする(1)又は(2)に記載のダイヤモンド単結晶基板。

(4) (1)~(3)のいずれかに記載のダイヤモンド単結晶基板上に気相合成法によってダイヤモンドをエピタキシャル成長させることを特徴とする大型ダイヤモンド単結晶の製造方法。

(5) (4)に記載の製造方法によって得られたことを特徴とするダイヤモンド単結晶基板。

【発明の効果】

【0009】

本発明では作製したダイヤモンド厚みの最大部分と最小部分を規定することにより、その基板上に気相合成により成長を行った場合に、厚みの最大部分と最小部分の比が小さい場合には横方向への成長速度が遅くなるなどの問題を防ぐことができ、また厚みの差が大きくなりすぎた場合の、種基板の表面、例えば(100)面に対して平行ではなく斜面：(100)とは異なる面で多結晶が生成してしまう問題を防ぐことができるので、高品質で大型な単結晶を作製することが可能となる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0010】

本発明のダイヤモンド単結晶基板は、一部、又は全てが気相合成法で作製したダイヤモンド単結晶からなり、基板内で厚み分布がある面を持ち、厚みの最大部分と最小部分との比(最大厚み/最小厚み)が1.05以上1.3以下であり、厚みの最大部分が該基板の面積で外周位置にあり、厚みの最小部分が最大部分よりも基板中央部分にあることを特徴とする。

【0011】

このような基板は、ダイヤモンド単結晶基板上にダイヤモンドを成長させる方法を採用することによって容易に作製することができる。ダイヤモンドを成長させる方法としては気相合成法が好ましい。気相成長を行わせるための原料ガスとしては一般に水素、炭素源を含んだメタンなどを用いる。また必要に応じて窒素等のガスを使用することが可能であり、窒素を導入した場合には特許文献2でも記載されているように成膜速度を向上させることが知られている。

【0012】

この場合のその上にダイヤモンドを成長させる単結晶基板は高温高压法で作製されたものでも、気相合成法で作製されたものでも、どちらでも問題ない。しかし、全て高温高压法で作製するには、この後に述べる凹型の厚み分布を持たせることは困難であり、加工する際にはコスト、時間がかかる。

高温高压法で作製したものか気相合成法で作製したものかどうかは、水素含有量を調べることで判断することができる。この気相合成を行なう際の基板温度、使用ガス中の炭素濃度、窒素濃度を変更することによって作製品の厚み分布の制御が可能である。

【0013】

基板温度を制御するには、基板をセッティングする治具の材質を変える、またはセッティング部の形状を変えることで熱伝導量を調整することで可能となる。例えば、平面円形50mmφ-3mm tのモリブデン板上にダイヤモンド基板を設置し成長を行なう。またマイクロ波の投入パワーを変更することでも基板温度の制御は可能である。炭素原子濃度は水素原子に対して0.1~30%、窒素原子濃度は炭素原子に対して0.01%~10%程度で制御を行なう。同様にガス圧力を調整することによっても制御は可能である。

【0014】

本発明のダイヤモンド単結晶基板は典型的には図1のような凹型の厚み分布を持った基板である。

厚み分布が凸型の場合、もしくは凹型であっても厚みの最大部分と最小部分の比が1.05未満である場合は横方向への成長速度が遅くなり、大型サイズの単結晶作製が困難となる問題がある。厚み分布が凹型で厚みの最大部分と最小部分の比が1.3を超える場合には、最大厚み部分と最小厚み部分とでプラズマの集中しやすさが大きく異なり、同一基板内でも基板温度に差が現れ、単結晶条件で保存することができない。そのために多結晶が成長してしまう問題が起こる。

【0015】

また、例えば単結晶基板の(100)面に対して垂直方向にダイヤモンドを気相合成で成長をさせる場合に、大きな角度の斜面できてしまう問題があり、この部分では別の高次元の面指数である面が現れてしまう。これにより位置による成膜条件が異なるために、多結晶が生成してしまう問題が起こる。また、製品化するために表面の平坦化を行なうが、その際に厚み差が大きい場合には研磨量は大きくなり、時間もかかる。

【0016】

より基板面積を大きくするためには、外周表面、側面での成長速度が速いことが好ましい。本発明では外周部分での成膜速度を上げるために最大厚み部分が外周部分であるようにし、最小厚み部分を基板中央部分としている。外周部分の厚みが増すことにより、例えばマイクロ波プラズマ方法ではプラズマの集中が起こりやすく、成膜速度の向上を即す働きがあるためである。

【0017】

また、本発明のダイヤモンド単結晶基板における気相合成法で作製したダイヤモンド単結晶の部分では5~1000ppmの窒素原子を含有していることが好ましい。

含有する窒素原子濃度は、作製時の添加ガス中の窒素濃度を变化させることで調整が可能である。該単結晶基板上にダイヤモンドの成長を行なう場合に、窒素を導入することで成長速度が大きくなり大型面積のダイヤモンド単結晶作製のコスト低減と作製スピードアップが可能となるが、あらかじめ基板にも5ppm以上の窒素原子を含有させていること

で、その上に成長させた場合の歪を低減することが可能である。5 p p mより小さい含有量であると、窒素ガスを添加した成長中に割れが起こることがある。しかし、1 0 0 0 p p mより大きい含有量であると、その上に成膜する場合にも添加窒素ガス濃度を大きくしないと歪が起こりやすくなり、割れの原因となる。また、添加窒素ガス濃度を大きくして成長させると、非ダイヤモンド成分がでやすくなり、製品とする場合には問題である。

【実施例】

【0 0 1 8】

〔実施例 1〕

5 mm×5 mm、厚さ0. 5 mmの高温高圧合成で作製した単結晶 {1 0 0} 基板を用意して、マイクロ波プラズマCVDによるエピタキシャル成長を行った。基板は平面円形50 mmφ－3 mm tのモリブデン板上に設置した。ガスはメタン2 0 0 s c c m (s t a n d a r d c c / m i n)、水素1 0 0 0 s c c mとし、基板温度、圧力、窒素ガス流量を表1に示す条件となるように投入マイクロ波電力を調整し、1～5と異なる条件で作製を行なった。全ての基板について40時間の合成を行った。

作製したダイヤモンド単結晶において、基板の厚みと成膜を行なったダイヤモンド膜を含めた厚みの測定を行なった。外周部、中央部含め任意に15箇所での厚みをマイクロメーターで測定を行った。その測定点の中での最大厚み部分と、最小厚み部分は以下の表1に示す通りとなった。No. 1～5全ての作製品について、最大厚み部分は面積で基板外周10%の部分にあった。

【0 0 1 9】

次に、上記で作製したNo. 1～5の基板上へ、更に同様にマイクロ波プラズマCVDによるエピタキシャル成長を行った。ガスはメタン1 5 0 s c c m、水素9 0 0 s c c mとし、基板温度1 1 0 0℃、圧力1 1 0 T o r r、窒素ガス流量0. 5 s c c mとした。全ての基板について50時間の合成を行った。

作製したものの結果は表2の通りである。

【0 0 2 0】

【表 1】

No	基板温度 (°C)	圧力 (Torr)	導入窒素ガス 流量 (sccm)	厚み 最大部分 (μm)	厚み 最小部分 (μm)	最大部分/最 小部分の比
1	1100	105	0.01	2150	1641	1.31
2	1200	120	0.8	1970	1515	1.30
3	1150	110	8	2090	1940	1.07
4	1200	160	40	1740	1657	1.05
5	1050	80	100	2210	2125	1.04

【0 0 2 1】

【表 2】

No	元基板からの横成長伸び長さ (mm)
1	1.6
2	1.5
3	1.3
4	1.1
5	0.4

【0 0 2 2】

No. 1では表面状態を観察したところ、1 0 0 μm×2 0 0 μm程度で5 0 μm深さ

のへこみができており、更に詳細にへこみ部分を観察したところ底部分では多結晶が確認された。これは、電子部品などへの使用する際には問題となる。No 2～4については大面積の単結晶作製に成功したが、No. 5は厚み方向へは十分に成長しているが、最も成長している方向に垂直な方向への成長（横成長伸び）が小さく、最も大きな面での面積は大きくなっていなかった。

【0023】

〔実施例2〕

実施例1と同様の方法をとるが、基板温度、圧力を表3に示す通りとした。

作製したNo. 6～7の基板上へ、更に同様にマイクロ波プラズマCVDによるエピタキシャル成長を行った。ガスはメタン100sccm、水素800sccmとし、基板温度1200℃、圧力100Torr、窒素ガス流量0.5sccmとした。全ての基板について35時間の合成を行った。作製したものの結果は表4の通りである。

【0024】

【表3】

No	基板温度 (℃)	圧力 (Torr)	導入窒素ガス 流量 (sccm)	最大厚み部分 の場所	厚み 最大部分 (μm)	厚み 最小部分 (μm)	最大部分/ 最小部分の比
6	1100	105	0.01	基板の外周	2248	1791	1.26
7	1200	120	0.8	基板の中央	2147	1811	1.19

【0025】

【表4】

No	元基板からの横成長伸び長さ (mm)
6	1.4
7	0.4

【0026】

No. 6については、大面積の基板を得ることができたが、No. 7では最も成長している方向に垂直な方向への成長（横成長伸び）が小さく、最も大きな面での面積は大きくなっていなかった。

【0027】

〔実施例3〕

4mm×6mm、厚さ0.4mmの高温高圧合成で作製した単結晶{100}基板を3枚用意して、マイクロ波プラズマCVDにより、それぞれエピタキシャル成長を行った。それぞれ、No. 8, 9, 10, 11とした。No. 8－11は同様の条件で導入ガスのメタン150sccm、水素1100sccmとし、基板温度1100℃、圧力120Torrとし、それぞれ50時間の成長を行なった。表5には意図して添加した窒素ガス量と、作製したものの気相合成で作製した部分である表面から100μmの位置においてSIMSにより窒素濃度を測定した結果を示している。作製されたものは全て凹型の厚み分布であり、その最大部分と最小部分の厚み比は、No. 8－11それぞれで1.05, 1.15, 1.22, 1.29であった。

【0028】

【表 5】

No	導入窒素ガス流量 (sccm)	窒素濃度(ppm)
8	0	4.9
9	0.1	5.1
10	1	999.7
11	2	1000.2

10

【0029】

この成長により作製された基板上に更にエピタキシャル成長を行なった。No. 8-11共にマイクロ波プラズマCVDにより成長を行なったが、導入ガスのメタン120sccm、水素1000sccmとし、基板温度1200℃、圧力130Torr、窒素ガス流量0.3sccmとした。

全て合成後で大面積のものが作製できており、表面を研磨処理することで平坦化を行うこととした。結果、No. 9, 10では問題なく研磨することが可能であったが、No. 8, 11では基板の端部分で割れが起こった。

【産業上の利用可能性】

【0030】

20

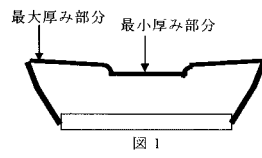
本発明のダイヤモンド単結晶基板上にダイヤモンドを気相合成法によってエピタキシャル成長させることにより、紫外発光素子や、高周波特性を持つ電界効果トランジスタなどの用途に適した大型のダイヤモンド基板を得ることが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【0031】

【図1】本発明の単結晶基板の一例を模式的に示した図である。

【 図 1 】



フロントページの続き

(72)発明者 今井 貴浩

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社伊丹製作所内

Fターム(参考) 4G077 AA02 AB01 BA03 DB19 EB01 ED04 ED06 HA01 HA05 TA01

TA04 TK01 TK04

4K030 AA09 AA17 BA28 BB02 CA02 CA17 FA01 JA01 JA06 KA23

LA15

5F045 AA09 AB07 AC01 AC15 AD14 AD15 AD16 AE25