

(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2007-331955
(P2007-331955A)

(43) 公開日 平成19年12月27日(2007.12.27)

| | | |
|------------------------------|--------------|-------------|
| (51) Int. Cl. | F I | テーマコード (参考) |
| C30B 29/04 (2006.01) | C30B 29/04 E | 4G077 |
| C23C 16/458 (2006.01) | C23C 16/458 | 4K030 |
| C23C 16/511 (2006.01) | C23C 16/511 | 5F045 |
| H01L 21/205 (2006.01) | H01L 21/205 | |

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 12 頁)

| | | | |
|-----------|------------------------------|----------|---|
| (21) 出願番号 | 特願2006-162256 (P2006-162256) | (71) 出願人 | 301021533 独立行政法人産業技術総合研究所 東京都千代田区霞が関1-3-1 |
| (22) 出願日 | 平成18年6月12日 (2006.6.12) | (72) 発明者 | 山田 英明 大阪府池田市緑丘1丁目8番31号 独立行政法人産業技術総合研究所関西センター内 |
| | | (72) 発明者 | 茶谷原 昭義 大阪府池田市緑丘1丁目8番31号 独立行政法人産業技術総合研究所関西センター内 |
| | | (72) 発明者 | 奎野 由明 大阪府池田市緑丘1丁目8番31号 独立行政法人産業技術総合研究所関西センター内 |

最終頁に続く

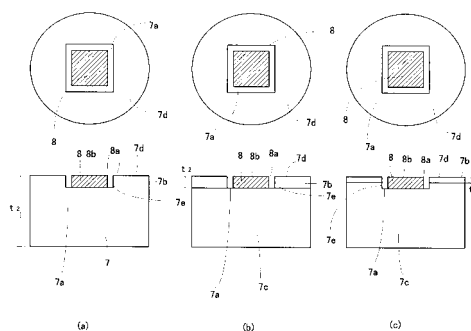
(54) 【発明の名称】 ダイヤモンド製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 マイクロ波プラズマCVD法によってダイヤモンド基板上にダイヤモンド単結晶を成長させる際に、ダイヤモンドの成長面の形状(モフォロジー)を簡単に制御できる方法を提供する。

【解決手段】 基板支持体7が、基板載置面7aの周囲に基板囲繞部7bを備えた導電性材料からなる支持体7であって、基板囲繞部7bを含む基板支持体7は一体であるか又は基板囲繞部の天面7dから所定厚み部分が分離可能とされた構造であり、基板囲繞部の天面を含む部材7bの厚さを調整することによって、ダイヤモンド成長面の形状を制御してダイヤモンド成長を行うダイヤモンド製造方法、並びに、基板載置面7aの周囲に基板囲繞部7bを備えた導電性材料からなる基板支持体7であって、基板囲繞部7bを含む基板支持体7は一体であるか又は天面7dから所定厚み部分が分離可能とされた構造であるダイヤモンド製造用基板支持体7。

【選択図】 図2



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

マイクロ波プラズマCVD法によって、ダイヤモンド基板上にダイヤモンド結晶を成長させる方法において、

CVD装置内に設置する基板支持体が、基板載置面の周囲に基板囲繞部を備えた導電性材料からなる支持体であって、該基板囲繞部を含む基板支持体は一体であるか又は基板囲繞部の天面から所定厚み部分が分離可能とされた構造であり、

該基板囲繞部の天面を含む部材の厚さを調整することによって、ダイヤモンド成長面の形状を制御してダイヤモンド成長を行うことを特徴とするダイヤモンド製造方法。

【請求項 2】

基板囲繞部の天面を含む部材の厚さを大きくすることによって、ダイヤモンド基板の端面の成長を抑制する請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

基板囲繞部の天面を含む部材の厚さを小さくすることによって、ダイヤモンド基板の端面の成長を促進する請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

基板支持体における基板囲繞部の天面とダイヤモンド基板の表面がほぼ面一であって、該基板囲繞部の天面を含む部材の厚さを、ダイヤモンド基板の厚さより大きくすることにより、ダイヤモンド成長面の形状を凸状とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

基板支持体における基板囲繞部の天面とダイヤモンド基板の表面がほぼ面一であって、該基板支持体における基板囲繞部の天面を含む部材の厚さを、ダイヤモンド基板の厚さとほぼ同一とすることにより、ダイヤモンド成長面の形状を平坦状とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

基板支持体における基板囲繞部の天面とダイヤモンド基板の表面がほぼ面一であって、該基板支持体における基板囲繞部の天面を含む部材の厚さを、ダイヤモンド基板の厚さより小さくすることにより、ダイヤモンド成長面の形状を凹状とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

基板支持体における基板囲繞部の天面とダイヤモンド基板の表面の高さの相違が0.3mm未満である請求項 4 ~ 6 に記載の方法。

【請求項 8】

請求項 1 ~ 7 のいずれかの方法に用いられる基板載置面の周囲に基板囲繞部を備えた導電性材料からなる基板支持体であって、該基板囲繞部を含む基板支持体は一体であるか又は天面から所定厚み部分が分離可能とされた構造であるマイクロ波プラズマCVD法によるダイヤモンド製造用基板支持体。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、マイクロ波プラズマCVD法によるダイヤモンド製造方法及びダイヤモンド製造用基板支持体に関する。

【背景技術】

【0002】

半導体として優れた特性を有するダイヤモンドは、例えば、高周波・高出力デバイス、紫外線発光デバイスなど半導体デバイス用材料として期待されている。

【0003】

現在、ダイヤモンド単結晶の成長は、主に高圧合成法、気相合成法などによって行われている。気相合成法のうちで有望な方法として、減圧雰囲気下において、水素およびメタンガスを流してマイクロ波放電で形成したプラズマを利用してダイヤモンド結晶の成長を行う、マイクロ波プラズマCVD法が知られている。

10

20

30

40

50

【0004】

これらのダイヤモンド結晶の成長方法において、作業時間と成長コストを低減するための研究が今日まで広くなされてきているが、成長速度を向上するための研究例はあるものの、ダイヤモンドを成長させる際の、成長面の形状の制御については、その具体的な方法は提示されていない。

【0005】

例えば、マイクロ波プラズマCVD法によるダイヤモンドのホモエピタキシャル成長において、水素ガスとメタンガスからなる反応ガスに微量の窒素を添加することによって、100 μ m毎時を超える速度でのダイヤモンド単結晶の成長が可能となることが報告されている(下記非特許文献1参照)。また、マイクロ波プラズマCVD法によるダイヤモンド成長方法において、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も開示されている(下記特許文献1参照)。

10

【0006】

また、高い成長速度を実現するためのダイヤモンド合成装置として、公知のダイヤモンド製造技術を組み合わせて利用した合成装置が開示されている(下記特許文献2参照)。この合成装置は、それぞれ公知の技術である、モリブデン等の導体で作成した基板支持体上へダイヤモンド基板を設置すること(下記非特許文献2~4参照)、基板支持体へ熱を放出すること(下記非特許文献3、4参照)、非接触型の温度測定装置を利用してダイヤモンドの温度を測定すること(下記非特許文献3参照)、予め決めた厚さまで成長を行うこと(下記特許文献3参照)、等の手段を組み合わせることによって、高い成長速度を実現しようとするものである。しかしながら、特許文献2は、成長面の形状を制御する方法については一切開示しておらず、成長面の形状を制御する手段については全く考慮していない。このため、上記した公知技術を組み合わせて利用した合成装置では、ダイヤモンドの成長速度を高速化することは可能であるが、ダイヤモンド成長面の形状を制御することはできない。

20

【0007】

しかも、特許文献2の方法では、ダイヤモンド基板の周縁が基板支持体に接した状態でダイヤモンド成長が行われているために成長面の拡大は絶望的である。更に、成長後に基板と基板支持体とを別方向にスライドすることが困難であり、これらを分離する際に基板が損傷を受ける可能性がある。

30

【0008】

以上の通り、従来知られているマイクロ波プラズマCVD法によるダイヤモンド製造方法では、成長面の形状を制御することなくダイヤモンド成長が行われている。このため、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、これが作業時間とコストの増大の一因となっている。

【非特許文献1】A.Chayahara, Y.Mokuno, Y.Takasu, H.Yoshikawa, N.Fujimori, Diamond Relat. Mater. 13 (2004), 1954-1958

【非特許文献2】M. Kamo, Y.Sato, S. Matsumoto, N. Setaka, J. Crystal Growth 62 (1983), 642-644

40

【非特許文献3】T. Tachibana, Y. Ando, A. Watanabe, Y. Nishibayashi, K. Kobashi, T. Hirao, K. Oura, Diamond Relat. Mater. 10 (2001), 1569-1572

【非特許文献4】電気学会・マイクロ波プラズマ調査専門委員会編、「マイクロ波プラズマの技術」、オーム社発行、151~152頁

【特許文献1】特開2005-255507号公報

【特許文献2】特開2005-508279号公報

【特許文献3】特開平9-20589号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

50

本発明は上記した従来技術の現状に鑑みてなされたものであり、その主な目的は、マイクロ波プラズマCVD法によってダイヤモンド単結晶を成長させる際に、ダイヤモンドの成長面の形状（モフォロジー）を簡単に制御できる方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明者は、上記した目的を達成すべく鋭意研究を重ねてきた。その結果、マイクロ波プラズマCVD法によってダイヤモンド基板上にダイヤモンド結晶を成長させる方法において、基板支持体として、基板載置面の周囲に基板囲繞部を備えた一体構造又は天面から所定厚み部分が分離可能とされた構造の基板支持体を用い、該基板囲繞部の天面を含む部材の厚さを調整することによって、ダイヤモンド成長面の形状を制御することが可能となることを見出した。

10

【0011】

そして、この方法を利用することによって、成長面の形状を目的に応じて任意に調整することが可能となり、例えば、成長面の形状を凸型又は平坦状に制御する場合には、ダイヤモンドの成長を長時間連続して継続することが可能となって大型のダイヤモンド製造を実現化でき、また成長面の形状を凹型とする場合には、主成長面の成長方向に垂直な方向に成長面を拡大させることが可能となるなど、目的に応じた各種の成長面を非常に簡単に形成できることを見出した。

【0012】

本発明は、これらの知見に基づいて完成されたものである。

20

【0013】

即ち、本発明は、下記のダイヤモンド製造方法、及びこの方法で用いることのできるダイヤモンド作製用基板支持体を提供するものである。

1. マイクロ波プラズマCVD法によって、ダイヤモンド基板上にダイヤモンド結晶を成長させる方法において、

CVD装置内に設置する基板支持体が、基板載置面の周囲に基板囲繞部を備えた導電性材料からなる支持体であって、該基板囲繞部を含む基板支持体は一体であるか又は基板囲繞部の天面から所定厚み部分が分離可能とされた構造であり、

該基板囲繞部の天面を含む部材の厚さを調整することによって、ダイヤモンド成長面の形状を制御してダイヤモンド成長を行うことを特徴とするダイヤモンド製造方法。

30

2. 基板囲繞部の天面を含む部材の厚さを大きくすることによって、ダイヤモンド基板の端面の成長を抑制する上記項1に記載の方法。

3. 基板囲繞部の天面を含む部材の厚さを小さくすることによって、ダイヤモンド基板の端面の成長を促進する上記項1に記載の方法。

4. 基板支持体における基板囲繞部の天面とダイヤモンド基板の表面がほぼ面一であって、該基板囲繞部の天面を含む部材の厚さを、ダイヤモンド基板の厚さより大きくすることにより、ダイヤモンド成長面の形状を凸状とする上記項1に記載の方法。

5. 基板支持体における基板囲繞部の天面とダイヤモンド基板の表面がほぼ面一であって、該基板支持体における基板囲繞部の天面を含む部材の厚さを、ダイヤモンド基板の厚さとほぼ同一とすることにより、ダイヤモンド成長面の形状を平坦状とする上記項1に記載の方法。

40

6. 基板支持体における基板囲繞部の天面とダイヤモンド基板の表面がほぼ面一であって、該基板支持体における基板囲繞部の天面を含む部材の厚さを、ダイヤモンド基板の厚さより小さくすることにより、ダイヤモンド成長面の形状を凹状とする上記項1に記載の方法。

7. 基板支持体における基板囲繞部の天面とダイヤモンド基板の表面の高さの相違が0.3mm未満である上記項4～6に記載の方法。

8. 上記項1～7のいずれかの方法に用いられる基板載置面の周囲に基板囲繞部を備えた導電性材料からなる基板支持体であって、該基板囲繞部を含む基板支持体は一体であるか又は天面から所定厚み部分が分離可能とされた構造であるマイクロ波プラズマCVD法

50

によるダイヤモンド製造用基板支持体。

【0014】

本発明では、ダイヤモンドの製造方法として、マイクロ波プラズマCVD法によって、ダイヤモンド基板上にダイヤモンド結晶を成長させる方法を採用する。

【0015】

図1に、マイクロ波プラズマCVD装置の一例の概略図を示す。図1に示す装置では、マイクロ波プラズマCVD装置1は、マイクロ波電源2、マイクロ波を伝搬させる導波管3、マイクロ波導入誘電体窓4、空洞共振器型の反応容器5、内部に冷却水Wが通っているステージ6、ステージ6上に設置される基板支持体7を備えている。

【0016】

反応容器5には、原料ガスを導入するための原料ガス導入口5aと、容器内を真空引きするための排気口5bとが設けられている。

【0017】

マイクロ波電源2で発生させられたマイクロ波は、図1に矢印で示すようにして反応容器5内に導入される。

【0018】

具体的な製造条件については特に限定はなく、公知の条件に従って、ダイヤモンドを成長させればよい。原料ガスとしては、例えば、メタンガスと水素ガスの混合ガスを用いることができ、更に、これに窒素ガスを加えることによって、成長速度を向上させることができる。

【0019】

具体的なダイヤモンド成長条件の一例を示すと、反応ガスとして用いる水素、メタン及び窒素の混合気体では、メタンは、水素供給量1モルに対して、0.01~0.33モル程度となる比率で供給し、窒素は、メタン供給量1モルに対して、0.0005~0.1モル程度となる比率で供給することが好ましい。また、プラズマCVD装置内の圧力は、通常、13.3~40kPa程度とすればよい。マイクロ波としては、通常、2.45GHz、915MHz等の工業および科学用に許可された周波数のマイクロ波が使用される。マイクロ波電力は、特に限定的ではないが、通常、0.5~5kW程度とすればよい。このような範囲内において、例えば、基板(ダイヤモンド種結晶)の温度が1000~1300程度となるように各条件を設定すればよい。

【0020】

本発明方法では、ダイヤモンド基板を載置する基板支持体として、基板載置面の周囲に基板囲繞部を備えた導電性材料からなる基板支持体を用いる。該支持体は、通常、Mo、W等の金属、合金等の導電体で形成される。この条件を満足する限り、基板支持体の形状は任意である。

【0021】

尚、本発明では、基板支持体の基板載置部は、凹部によって形成されており、基板囲繞部とは、基板支持体の基板載置面に載置されたダイヤモンド基板を取り囲む周辺部分をいう。

【0022】

図2は、本発明で使用する基板支持体の一例の概略を示す図面である。図2に示す基板支持体は、全体として円柱状の形状であって、基板載置面7aが、ダイヤモンド基板8と同一又は相似の平面形状であり、その周囲に基板囲繞部7bを備えている。

【0023】

図2(a)は、基板囲繞部7bを含む基板支持体7が一体となった構造の支持体である。図2(b)と図2(c)は、基板囲繞部7bを形成する部材と、基板載置面7aを含む部材7cとが分離した構造の支持体である。具体的には、図2(b)に示す支持体では、基板囲繞部を形成する部材7bは、中央部分にダイヤモンド基板の形状と同一又は相似の中空部分を有する円盤状の部材である。基板囲繞部を形成する部材7bは、該部材と同一の直径を有する円柱状の部材7c上に設置されている。図2(c)に示す支持体では、

10

20

30

40

50

基板囲繞部を形成する部材 7 b は、中央部分にダイヤモンド基板の形状と同一又は相似の中空部分を有する円盤状の部材であって、ダイヤモンド基板より厚さが小さい部材である。基板載置面 7 a を含む部材 7 c は、円柱状の部材であって、その一方の底面に基板載置部の一部となる凹部が形成されている。この部材における凹部の平面形状は、基板囲繞部を形成する部材 7 b の中空部分と同一形状である。基板囲繞部を形成する部材 7 b は、基板載置面 7 a を含む部材 7 c 上に設置され、該部材 7 b における中空部分と、基板載置面を含む部材 7 c の凹部によって、基板を載置する空間が形成される。

【 0 0 2 4 】

本発明方法では、基板囲繞部の天面 7 d を含む部材の厚さ t_2 を適切な大きさに設定することによって、ダイヤモンド基板の成長面の形状を制御することができる。具体的には、基板囲繞部の天面 7 d を含む部材 7 b の厚さ t_2 を大きくすると、ダイヤモンド基板 8 の端部 8 a の成長を抑制することができ、天面 7 d を含む部材 7 b の厚さ t_2 を小さくすると、ダイヤモンド基板 8 の端部 8 a の成長を促進することができる。

10

【 0 0 2 5 】

以下、図 2 を参照して、本発明方法の実施態様について説明する。図 2 は、基板支持体における基板囲繞部の天面 7 d と、基板載置面に載置されたダイヤモンド基板 8 の表面がほぼ面一である場合を示す。

【 0 0 2 6 】

図 2 (a) に示す支持体は、基板囲繞部 7 b を含む基板支持体 7 全体が一体となった構造であり、基板囲繞部の天面 7 d を含む部材の厚さ t_2 は、ダイヤモンド基板の厚さ t_1 より大きくなっている。この状態において、上記した条件でマイクロ波プラズマ C V D 法によって、ダイヤモンド基板 8 上にダイヤモンド結晶を成長させる場合には、ダイヤモンド基板の中央部 8 b と比較して、端部 8 a の成長が抑制され、ダイヤモンド成長面の形状は、中央部 8 b が隆起した凸状となる。この場合、天面 7 d を含む部材の厚さ t_2 は、ダイヤモンド基板の厚さ t_1 より大きければ良いが、通常、天面 7 d を含む部材の厚さ t_2 が、ダイヤモンド基板の厚さ t_1 より、0.3 mm 程度以上大きいことが好ましい。天面を含む部材の最大厚さは限定されないが、通常、ダイヤモンド基板の厚さ t_1 の 5 倍程度までの厚さとすればよい。

20

【 0 0 2 7 】

図 2 (b) に示す支持体は、中空部分を有する円盤状の部材 7 b と、基板載置面 7 a を含む円柱状の部材 7 c とが分離した構造の支持体である。該円盤状部材 7 b の中空部分の平面形状は、ダイヤモンド基板の平面形状と同一又は相似であり、該円盤状部材 7 b の厚さは、ダイヤモンド基板の厚さ t_1 とほぼ同一である。この場合、基板支持体の天面 7 d を含む部材 7 b の厚さ t_2 は、円盤状部材 7 b の厚さとなるので、基板囲繞部の天面 7 d を含む部材 7 b の厚さ t_2 は、ダイヤモンド基板の厚さ t_1 とほぼ同一となる。この状態において、上記した条件でマイクロ波プラズマ C V D 法によって、ダイヤモンド基板 8 上にダイヤモンド結晶を成長させる場合には、ダイヤモンド基板の中央部 8 b と端部 8 a の成長はほぼ同程度となり、ダイヤモンド成長面は、平坦な形状となる。この場合、例えば、基板囲繞部の天面 7 d を含む部材 7 b の厚さ t_2 と、ダイヤモンド基板の厚さ t_1 との相違が 0.3 mm 程度未満の場合に同様に、上記した場合と同様にダイヤモンド成長面を平坦な形状とすることができる。

30

40

【 0 0 2 8 】

図 2 (c) に示す支持体では、基板囲繞部を形成する部材 7 b は、中央部分にダイヤモンド基板の形状と同一又は相似形の中空部分を有する円盤状の部材であって、ダイヤモンド基板 8 より厚さが小さい部材である。図 2 (c) における基板載置面 7 a 周辺部の部分拡大図を図 3 に示す。基板載置面 7 a を含む部材 7 c は、円柱状の部材であって、その一方の底面に基板載置部の一部となる凹部が形成されている。この場合、基板囲繞部の天面 7 d を含む部材 7 b の厚さ t_2 は、円盤状部材の厚さとなり、ダイヤモンド基板の厚さ t_1 より小さくなっている。この状態において、上記した条件でマイクロ波プラズマ C V D 法によって、ダイヤモンド基板 8 上にダイヤモンド結晶を成長させる場合には、ダイヤモ

50

ンド基板の中央部 8 b と比較して、端部 8 a の成長が促進され、ダイヤモンド成長面の形状は、中央部 8 b の成長が少なく、端部 8 a が大きく成長した凹状となる。この場合、天面 7 d を含む部材の厚さ t_2 を、ダイヤモンド基板の厚さ t_1 より小さくすれば良いが、通常、天面 7 d を含む部材の厚さ t_2 が、ダイヤモンド基板の厚さ t_1 より、0.3 mm 程度以上小さいことが好ましい。

【0029】

尚、上記図 2 (a) ~ 図 2 (c) に示すダイヤモンド成長面の制御方法では、基板支持体における基板囲繞部の天面 7 d と、基板載置面に載置されたダイヤモンド基板 8 の表面の位置 (高さ) は、0.3 mm 程度の誤差範囲内で一致していることが好ましい。

【0030】

上記した方法によって成長面の形状を制御できる理由については、必ずしも明確ではないが、基板囲繞部の天面 7 d を含む部材 7 b の厚さ t_2 がダイヤモンド基板の厚さ t_1 より大きいと、プラズマ CVD 処理を行う際に、ダイヤモンド基板の端部 8 a に対する基板支持体による冷却効果が大きくなり、端部 8 a の成長が抑制されて、成長面の形状は中央部 8 b が隆起した凸状となり、一方、基板囲繞部の天面 7 d を含む部材 7 b の厚さ t_2 がダイヤモンド基板の厚さ t_1 より小さい場合には、ダイヤモンド基板の端部 8 a に対する基板支持体による冷却効果が小さくなり、特に、天面 7 d を含む部材 7 b と基板載置面を含む部材 7 c とが分離していることにより、この分離面が断熱効果を生じて、ダイヤモンド基板の端部 8 a に対する冷却効果がより一層低下し、その結果、端部 8 a の成長が促進されて、成長面の形状は端部 8 a が隆起した凹状となると考えられる。

【0031】

本発明方法では、使用する基板支持体の形状については、図 2 に示す形状の支持体に限定されず、基板載置面 7 a の周囲に基板囲繞部 7 b を備えた基板支持体、即ち、基板載置部が凹部によって形成されている基板支持体であれば、任意の形状の支持体を用いることができる。例えば、図 2 では、円柱状の基板支持体を用いているが、基板支持体の上面と比較して底面の面積が大きい円錐台状の基板支持体を用いてもよい。更に、後述する実施例 1 及び 2 において用いた、基板載置部を含む部材と外周縁部用部材とが分離した構造の基板支持体を用いることもできる。いずれの形状の支持体を用いる場合にも、図 2 に示す場合と同様に、基板囲繞部の天面を含む部材の厚さを調整することによって、ダイヤモンド成長面の形状を制御することができる。

【0032】

また、基板載置面 7 a の形状についても、使用するダイヤモンド基板と同一形状又は相似形に限定されず、ダイヤモンド基板を載置可能な形状であれば、任意の形状の載置面を有する基板を用いることができる。尚、ダイヤモンド基板の端面と基板囲繞部との間隔、即ち、ダイヤモンド基板端面 8 a と基板載置部の内壁面 7 e との間隔については、特に限定的ではないが、基板囲繞部による冷却効果を十分に発揮させるためには、0.5 mm 程度以下であることが好ましく、0.1 mm 程度以下であることがより好ましい。

【0033】

図 2 は、ダイヤモンド基板表面が基板囲繞部の天面 7 d とほぼ面一となるようにダイヤモンド基板を載置した例であるが、これに限定されず、ダイヤモンド基板表面の位置を基板囲繞部の天面 7 d の位置より高く設定しても良く、或いは天面 7 d の位置より低く設定しても良い。この場合、ダイヤモンド基板表面の位置が高くなるに従って、ダイヤモンド基板の端面 8 a の成長が促進される傾向がある。このため、ダイヤモンド基板の成長面の形状を制御するためには、ダイヤモンド基板の表面位置に応じて、天面 7 d を含む部材の厚さ t_2 を決める必要がある。例えば、ダイヤモンド基板表面の位置が基板囲繞部の天面 7 d の位置より高い場合には、成長面の形状を凸状とするためには、ダイヤモンド基板表面が基板囲繞部の天面 7 d と面一の場合と比較して、天面 7 d を含む部材 7 b の厚さ t_2 を大きくすることが必要になる。同様に、ダイヤモンド基板表面の位置が基板囲繞部の天面 7 d の位置より低い場合には、成長面の形状を凹状とするためには、ダイヤモンド基板表面が基板囲繞部の天面 7 d と面一の場合と比較して、天面 7 d を含む部材 7 b の厚さ t

10

20

30

40

50

2 を小さくすることが必要になる。

【発明の効果】

【0034】

本発明方法によれば、従来のマイクロ波プラズマCVD法では困難であった成長面の形状（モフォロジー）を、簡単な方法で制御することができる。このため、本発明方法を採用することによって、使用目的に応じた形状のダイヤモンドを作製することが容易となる。

【0035】

例えば、ダイヤモンド成長面が凸状又は平坦状となるように条件を設定する場合には、ダイヤモンド成長を連続して行うことが可能となり、大型のダイヤモンド製造を容易に行うことができる。また、ダイヤモンド成長面が凹状となるように条件を設定する場合には、主成長方向に対して垂直方向に対して成長面が拡大することができる。

10

【発明を実施するための最良の形態】

【0036】

以下、実施例を挙げて本発明を更に詳細に説明する。

【0037】

実施例1

図1に示す空洞共振器型の反応容器を有するマイクロ波プラズマCVD装置を用い、冷却ステージ6のほぼ中心に、基板支持体7を設置した。

【0038】

20

該基板支持体7は、基板載置部用部材と外周縁部用部材7fとから構成され、全体として円錐台状の形状を有するモリブデン製の支持体である。該基板載置部用部材は、基板囲繞部7bを含む部材と基板載置面7aを含む部材が一体となった構造の直径約12mm、高さ約8.5mmの円柱状であり、一方の底面の中央部に、深さ0.5mmの3mm×3mmの正方形の凹部が形成されている。外周縁部用部材7fは、底面の直径がそれぞれ20mmと12mmであり、高さが約8.5mmである円錐台の形状をしており、直径12mmの同心円状の空洞を有し、該空洞内に上記基板載置部用部材が配置されている。

【0039】

該基板支持体では、基板載置部用部材の凹部の3mm×3mmの底面が基板載置面7aであり、その周辺部が基板囲繞部7bである。

30

【0040】

ダイヤモンド基板（種結晶）としては、高圧合成法によって得られた単結晶ダイヤモンドを{100}面に対して平行に切り出し研磨して得た $3 \times 3 \times 0.5 \text{ mm}^3$ の板状結晶を使用した。

【0041】

図4(a)は、ダイヤモンド基板（種結晶）8を基板支持体の載置面に載置した状態を示す中央縦断正面図である。ダイヤモンド基板8は、載置部（凹部）に隙間無く載置されている。この状態では、基板支持体における基板囲繞部の天面7dとダイヤモンド基板の表面が面一であって、該基板囲繞部の天面7dを含む部材、即ち、基板支持体全体の厚さ t_2 は、ダイヤモンド基板の厚さ t_1 の5倍以上である。

40

【0042】

まず、反応容器内を真空排気後、 H_2 ガスを導入し、反応容器内の圧力を10 Torr (1333Pa) に設定し、マイクロ波 (2.45GHz) 電力500 Wを印加することによってプラズマを点火した。その後、圧力、 H_2 ガス流量、 N_2 ガス流量、およびマイクロ波電力を徐々に増大させて、それぞれ圧力を180 Torr (24.0kPa)、 H_2 ガス流量を500cc (標準状態) /分、 N_2 ガス流量を1.8cc (標準状態) /分に設定した。次いで、マイクロ波電力を1000-3000 Wの間で基板温度が1130 になるよう設定した後、 N_2 ガス流量を0.6cc (標準状態) /分へと変化し、 CH_4 ガス60cc (標準状態) /分を導入して定常的なダイヤモンド成長を行った。

【0043】

50

4時間成長を行った後、 CH_4 および N_2 ガスを止めることによって結晶成長を停止し、圧力、 H_2 ガス流量、およびマイクロ波電力を徐々に減少させてマイクロ波電力を0にし、反応容器を大気開放した後、成長した結晶を取り出した。

【0044】

得られたダイヤモンド単結晶の厚さをマイクロメータによって計測した結果、主成長方向へ厚さが約0.2mm増加していた。

【0045】

図5(a)は、得られたダイヤモンド結晶を光学顕微鏡で観察した結果を示す概略断面図である。この図面から明らかなように、ダイヤモンド基板8の表面に成長したダイヤモンド9の形状は凸状であった。

10

【0046】

実施例2

マイクロ波プラズマCVD装置1としては、実施例1と同様のものを使用した。基板支持体としては、基板載置面7aを含む円柱状の部材7c上に、中空部分を有する円盤状の部材7bを配置してなる載置部用部材と、外周縁部用部材7fとから構成される全体として円錐台状のモリブデン製の支持体を用いた。

【0047】

載置部用部材としては、中央部分に3mm×3mmの中空部分を有する直径約12mm、厚さ約0.5mmの円盤状の部材7bを直径約12mm、高さ約8mmの円柱状の部材7cの上に配置した分離構造の部材を用いた。外周縁部用部材7fとしては、実施例1と同様のものを使用し、直径12mmの同心円状の空洞内に、上記した分離構造の載置部用部材を挿入した。

20

【0048】

ダイヤモンド基板(種結晶)としては、実施例1と同様に、高圧合成法によって得られた単結晶ダイヤモンドを{100}面に対して平行に切り出し研磨して得た $3 \times 3 \times 0.5 \text{ mm}^3$ の板状結晶を使用した。

【0049】

図4(b)は、ダイヤモンド基板(種結晶)8を上記基板支持体の基板載置面上に載置した状態を示す中央縦断正面図である。ダイヤモンド基板8は、載置部に隙間無く載置されている。この状態では、基板支持体における基板囲繞部の天面7dとダイヤモンド基板の表面が面一であって、該基板囲繞部の天面を含む部材7bの厚さ t_2 と、ダイヤモンド基板の厚さ t_1 は同一である。

30

【0050】

上記した方法で、ダイヤモンド基板を基板支持体上に載置して、実施例1と同様の条件で3時間ダイヤモンド成長を行い、成長した結晶を取り出した。

【0051】

得られたダイヤモンド単結晶の厚さをマイクロメータによって計測した結果、主成長方向へ厚さが約0.2mm増加していた。

【0052】

図5(b)は、得られたダイヤモンド結晶を光学顕微鏡で観察した結果を示す概略断面図である。この図面から明らかなように、ダイヤモンド基板8の表面に成長したダイヤモンド9の形状はほぼ平滑であった。

40

【図面の簡単な説明】

【0053】

【図1】マイクロ波プラズマCVD装置の内部構造を概略的に示す概略構成図である。

【図2】ダイヤモンド基板支持体の3態様例(a)、(b)(c)を示し、上図が平面図、下図が中央縦断正面図である。

【図3】図2(c)のダイヤモンド基板支持体の中央縦断正面図の部分拡大図である。

【図4】実施例1及び2における基板支持体載置部にダイヤモンド基板を載置した状態を模式的に示す中央縦断正面図であり、図4(a)が実施例1、図4(b)が実施例2の状

50

態を示す。

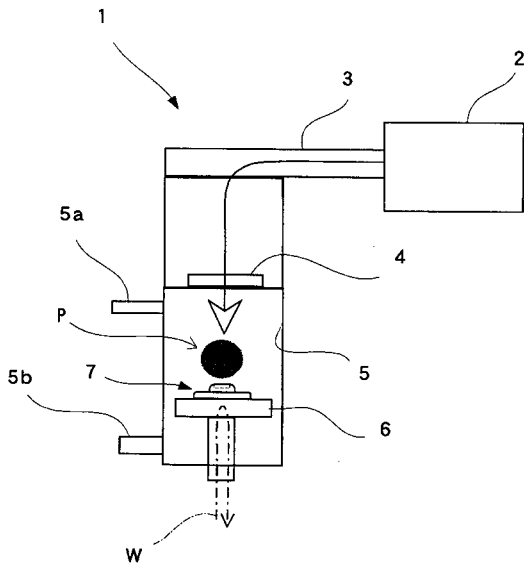
【図5】実施例1及び2において得られたダイヤモンド結晶の縦断面の顕微鏡写真を模式的に示す図面であり、図5(a)が実施例1で得られたダイヤモンド結晶、図5(b)が実施例2で得られたダイヤモンド結晶を示す。

【符号の説明】

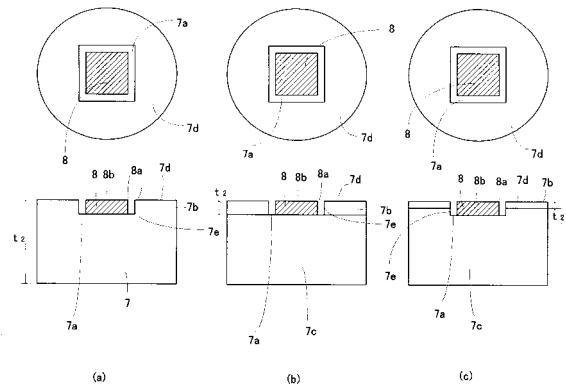
【0054】

- 1 マイクロ波プラズマCVD装置、
- 2 マイクロ波電源
- 3 マイクロ波を伝搬させる導波管、
- 4 マイクロ波導入石英窓
- 5 空洞共振器型の反応容器、
- 5 a 原料ガス導入口
- 5 b 排気口、
- 6 内部に冷却水Wが通っている冷却ステージ
- 7 ダイヤモンド基板支持体、
- 7 a 基板支持体の基板載置面
- 7 b 基板囲繞部の天面を含む部材、
- 7 c 基板支持体の基板載置面を含む部材
- 7 d 基板囲繞部の天面
- 7 e 基板載置部の内壁面
- 7 f 基板支持体の外周縁部用部材
- 8 ダイヤモンド基板、
- 8 a ダイヤモンド基板の端部、
- 8 b ダイヤモンド基板の中央部
- 9 ダイヤモンド成長部分

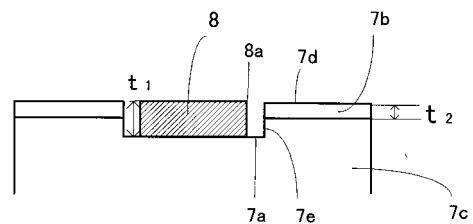
【図1】



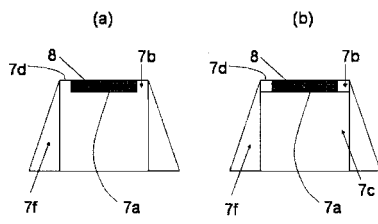
【図2】



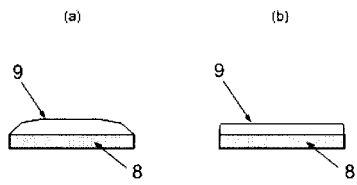
【図3】



【 図 4 】



【 図 5 】



フロントページの続き

(72)発明者 堀野 裕治

茨城県つくば市東 1 - 1 - 1 独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内

(72)発明者 鹿田 真一

茨城県つくば市東 1 - 1 - 1 独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内

Fターム(参考) 4G077 AA02 AA03 BA03 DB01 DB19 EG03 EG04 HA02 HA06 HA12
TA04 TA12 TB07 TF01 TF02
4K030 AA10 AA17 AA18 BA28 BB02 CA01 CA12 FA01 GA02
5F045 AA08 AB07 AC07 AC15 AD15 AE25 AF02 BB12 DP04 DQ05
EM02