

特殊形状の金属反応容器内におけるマイクロ波プラズマ CVD による 高品質ダイヤモンド薄膜作製プロセスの開発

Development of High-Quality Diamond Growth Process
Using Microwave Plasma CVD Apparatus with Specific Metal Chamber in Shape

阪大院工¹, ニッシン² °宮田 昌和¹, 毎田 修¹, 南光 正平², 伊藤 利道¹

Graduate School of Engineering, Osaka Univ.¹, Nisshin Inc.² °M. Miyata¹, O. Maida¹, S. Nankou², T. Ito¹

E-mail: m.miyata@daiyan.eei.eng.osaka-u.ac.jp

1. はじめに

物性的に優れた性質を多く有するダイヤモンドは、次(々)世代半導体デバイスとしての実用化に向けて様々な研究が行われている。高品質ダイヤモンド薄膜の形成には、ステンレス反応容器を有する ASTeX 型マイクロ波プラズマ化学気相合成(MWPCVD)装置がしばしば用いられている。ASTeX 型 MWPCVD 装置は、TE₀₁ から TM₀₁ へのマイクロ波のモード変換を行い、石英窓をとおして反応容器へのマイクロ波の導入が行われ、直径 5 cm 程度の大面积基板へのダイヤモンド薄膜の合成にも対応している。しかし、CVD プロセスに不可欠な CVD 反応容器内の清浄化(クリーニング)が容易ではないため、少なくとも反応容器毎に使用できるガスが限定されてしまうが、ASTeX 型 CVD 装置は特許化された反応容器となっているため、成膜装置は高価なものとなっている。一方、石英管型 MWPCVD 装置では、使用ガス毎に専用反応石英管を用意すれば、安価で容易に異なる原料ガスによる成膜が可能であるが、商用マイクロ波(の波長)が限定され、使用できる石英反応管のサイズをあまり大きくできないため、特に不純物ドーブ CVD ダイヤモンドの場合、高品質化に不可欠な石英管内壁からの Si 不純物混入を無視できるレベルに低下させるのは容易でない。このような状況下、CVD ダイヤモンドの研究開発を一層推進するには、不純物混入を無視できる程度に抑制でき、できるだけ安価で高品質ダイヤモンド薄膜の形成が可能な MWPCVD 装置の開発が強く求められている。

そこで本研究では、低コストで高品質ダイヤモンド薄膜の形成が可能となる MWPCVD 装置の開発を行うことを目的とした。

2. 実験

本研究では、ASTeX 型 MWPCVD 装置とは異なる方法によるプラズマ安定化法を見出すため、まず電磁界シミュレーションによる反応容器内電界強度分布を検討した。その結果、ある特殊な形状を有する金属反応容器では、その可能性があることが判明した。そこで、そのような形状のアルミ製反応容器を作製し、マイクロ波制御系を連結し、真空排気系、反応容器冷却系、ガス導入系及び圧力制御系を付加することにより、新規 MWPCVD 装置を構築した。その後、当該装置へマイクロ波を導入し、まず、水素プラズマに対して、安定なプラズマ形成が実現できるように、反応容器形状の更なる適正化を行った。水素プラズマが再現性良く点火し、安定に維持できる条件を見出した後、高圧合成(HPHT)Ib 基板上へのダイヤモンド薄膜の形成を行い、成膜条件を適正化した。なお、本研究で採用した合成条件は、メタン濃度 4.0 %¹⁾、全ガス流量 100 sccm、成膜圧力 60 Torr、マイクロ波出力 390~610 W、基板温度 980~1100 °C であった。成膜した試料は、光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡、レーザー顕微鏡、カソードルミネッセンス法(CL)を用いて諸特性を評価した。

3. 結果および考察

理想的な諸条件下におけるシミュレーションで見出された形状に基づいて作製された金属反応容器を有する新規 MWPCVD 装置に対して、水素プラズマ点灯実験を行った結果、反射波パワーの増大およびマイクロ波導入石英窓下部における表面波モードでのプラズマ生成が観測された。このため、石英窓近傍の構造を変更することにより、反射波パワーの低減、及び、表面波モードでのプラズマ生成の抑制を図った結果、最終的に、610 W のマイクロ波入力電力に対して、反射波電力は 10 W 程度以下に抑制でき、表面波モードプラズマの発生は生じなくなった。

上記のように形状を適正化した MWPCVD 装置により成膜したダイヤモンド薄膜の室温 CL スペクトルの一例を図 1 に示す。比較のため、同図には、石英管型 MWPCVD 装置により作製した試料の CL スペクトルも示す。励起子発光領域(同図(a))では、自由励起子に起因する明瞭な発光ピークが確認され、いずれの薄膜も比較的良好な膜質を有していることを示している。一方、混入 Si による CL 発光(738 nm)については、700~780 nm の長波長領域(同図(b))の CL スペクトルより、石英管型 MWPCVD 装置による試料においてのみ 738 nm 付近に膜中の Si に関連するピークがみられ、期待通り、新規 MWPCVD 装置による試料ではその CL 発光は確認されなかった。また、得られた典型的な成長速度は $\approx 5 \mu\text{m/h}$ と見積もられた。しかし、新規 MWPCVD 装置の成膜条件の更なる適正化が必要であるため、現在行っているところである。その詳細は当日報告する。

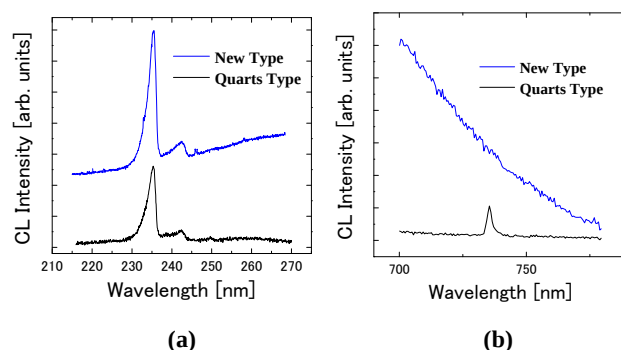


Fig.1. CL spectra in the wavelength regions of (a) 200~280 nm and (b) 700~780 nm taken at room temperature from diamond films homoepitaxially grown using new-type (Al chamber) and quartz-tube-type MWPCVD apparatuses.

謝辞

本研究の一部は科学研究費補助金 基盤研究(A)(21216011)の助成により行われた。

参考文献

1) M. Hamada, T. Teraji, T. Ito: Jpn. J. Appl. Phys. **44**(2005)L216.