

マイクロ波プラズマトーチを用いたダイヤモンド・ナノパウダーの気相合成と評価 Chemical Vapor Synthesis of diamond nano-powder by using microwave plasma torch and its evaluation

電通大院情報理工, O山田 遼太, 村田 悠馬, 齋藤 裕紀, 田中 勝己、一色 秀夫

Univ. Electro-Communications, R. Yamada, Y. Murata, Y. Saito, K. Tanaka, Hideo Isshiki

E-mail: yamada@flex.es.uec.ac.jp

1. はじめに

従来のナノ結晶ダイヤモンド (NCD) の作製法は、爆轟法が一般的である。この方法で作製される NCD は黒鉛型副生成物を含む 100~200nm 程の凝集体を形成している。これは著しく強固な凝集体であり、ナノ粒子として利用するには、酸を用いた化学薬品処理等で解砕処理を行わなければならない。最近、マイクロ波プラズマを用いた NCD の“気相合成”法が提案された。この方法では NCD を気相中に直接合成するため、解砕分級のプロセスを短縮できる。このプラズマ気相合成のポイントは、プラズマ雰囲気中にダイヤモンド核発生中心となる原子状 Si を導入する点である[1]。したがって、この気相合成 NCD では Si-V センター (Si 空孔発光中心) の形成が期待できる。この Si-V センターが示すピーク波長 738nm のゼロフォノン線発光は、「生体の窓」と呼ばれる波長域にあり、生体マーカーへの応用が期待される。本実験では合成条件の最適化を目的として、マイクロ波プラズマトーチを用いた NCD 気相合成における圧力や原料ガス流量をパラメータとして試料の作製、評価をおこなった。

2. 実験方法

装置にはマイクロ波プラズマトーチを、原料として H_2 と TMS ($(CH_3)_4Si$:テトラメチルシラン) を用いた。TMS は常温で液体のため、バブリング法で供給した。バブリング用キャリアガスには H_2 を用いた。 H_2 の合計流量を $H_{2\text{ all}}$ とし、TMS/ $H_{2\text{ all}}$ の比を TMS の濃度と表現した。本実験では、反応管内の圧力を一定として濃度を変化させて試料を作製した。反応管内の圧力は、ガスの流量によって制御した。試料はラマン分光により評価した。

3. 結果と考察

TMS と H_2 の流量を調整して、反応管内の圧力を 30torr で一定に、TMS 濃度が 2.57, 0.57, 0.24% の各試料を作製した。全ての条件において白く細かい粉体が得られた。ラマンスペクトルを図 1 に示す。典型的な NCD や DLC に見られる 1350 cm^{-1} 付近の D ピーク、 1580 cm^{-1} 付近の G ピークが観測できる。TMS 濃度を下げていくと G ピークが減少、D ピーク線幅が狭くなり、それに伴い 1250 cm^{-1} と 1410 cm^{-1} ピークが現れる。0.24% の試料は G ピーク

が殆ど見られなかった。 1250 cm^{-1} ピークは ta-C(tetrahedral a-C)の可能性が示唆される。G ピークの減少・消滅による I_D/I_G 比の増加と D ピークの狭線幅化は、低 TMS 濃度化は高品位 NCD に向かっていること示している。以上のことから、①原子状 Si の sp^3 骨格が核発生中心となる sp^3 リッチな DLC(NCD)を形成、②低濃度化による過剰 C 種の供給抑制と相対的 H_2 増加による H エッチングで sp^2 成分の成長が抑制(G ピークの減少)されていることが考えられる。 [1]

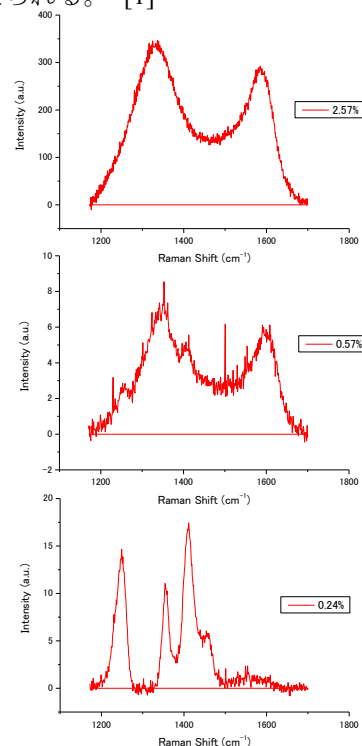


図1 圧力 30torr 一定、濃度変化のラマンスペクトル

4. 結論

ラマンスペクトルの TMS 濃度依存性より、濃度が低くなるにつれ D ピークが上昇し、G バンドのピークが減少・消滅することが見られた。また D ピークの狭線幅化から高品位 NCD が得られていることが分かった。今回明確なダイヤモンドピークが観測されなかったため、今後、パラメータの見直しや装置の改良を検討していく。

参考文献

[1] H. Isshiki et al, Jpn. Appl. Phys. 51 (2012) 090108