

水蒸気添加マイクロ波水素プラズマ化学輸送法による ダイヤモンドの合成特性

Synthesis property of diamond

by water vapor added microwave hydrogen plasma induced chemical transport

阪大院工¹, [○](M2)小松 直人¹, 東後 篤尚¹, 垣内 弘章¹, 安武 潔¹, 大参 宏昌¹

Osaka Univ.¹, [○]N. Komatsu¹, A. Togo¹, H. Kakiuchi¹, K. Yasutake¹, and H. Ohmi¹

E-mail: komatsu@ms.prec.eng.osaka-u.ac.jp / ohmi@prec.eng.osaka-u.ac.jp

1. 緒言

我々は、グラファイトや木炭原料などの廉価な固体炭素原料からダイヤモンド膜を形成する手法として、水素プラズマ化学輸送法(HyPICKT)の適用を目指している。本手法は、メタン等の原料ガスの常時供給が必要な従来の CVD 法と異なり、基板に対向した原料から固体炭素原料と水素の反応により炭化水素系原料ガスを供給できるため、狭ギャッププラズマの利用が可能となる。これまでに、本手法を用いて固体炭素原料からダイヤモンドを合成するためには、プラズマの高電力密度化と適切なメタン濃度の維持が重要であることが明らかとなっている[1]。今回は、グラファイト原料から合成するダイヤモンド膜の高品質化に向け、成膜雰囲気中への水添加の影響を調査したので報告する。

2. 実験方法

成膜基板として、p 型 Si(001) ウエハを $25 \times 25 \text{ mm}^2$ に切り出し、直径 $1 \mu\text{m}$ のダイヤモンド砥粒により傷付け処理を行ったものを用いた。また固体炭素原料として、直径 8.0 mm 長さ 10 mm の円柱状グラファイトを基板対向電極として設置した。チャンバー内を真空排気した後、水素を所定の圧力まで導入し、グラファイト電極に 2.45 GHz のマイクロ波を印加することで、グラファイト電極と基板の間に形成された 0.5 mm の放電ギャップにプラズマを生成した。今回は、非ダイヤモンド成分に対してエッチング作用のある水蒸気を微量添加し、ダイヤモンド膜を合成した。水蒸気の微量導入は、水素ガス供給配管の一部を PTFE チューブとし、これを各水温 ($60\text{--}95^\circ\text{C}$) の水槽に浸漬させることで、水蒸気が PTFE チューブを緩やかに透過する性質を利用して行った。実験後の形成炭素膜の表面・断面形態を走査型電子顕微鏡(SEM)で観察し、得られた炭素膜の結晶性を顕微ラマン分光法により評価を行った。また、成膜中の雰囲気ガス成分をフーリエ変換赤外分光法(FTIR)により調査した。

3. 結果及び考察

投入電力 300 W 、水素圧力を 200 Torr とし、水温を $60\text{--}95^\circ\text{C}$ とすることで導入水蒸気量を調整し、ダイヤモンド膜の形成を試みた。各水蒸気添加条件で得られた炭素膜の表面 SEM 像及びラマンスペクトルを図 1、図 2 に示す。図 1 より、 60°C で水蒸気添加した炭素膜では滑らかなファセットを持つ大きな粒が確認でき、 95°C で水蒸気添加した炭素膜の表面は小さなファセットで覆われていることが分かる。また、図 2 から、 60°C で水蒸気添加して形成した滑らかなファセットを持つ炭素膜にはダイヤモンドピークが見られないものの、 95°C で水蒸気添加して形成した炭素膜には、顕著なダイヤモンドピークが確認できる。これは、 60°C で形成した炭素膜中にはラマン感度の高いグラファイト成分等が多数含まれる一方、 95°C での水蒸気添加により得られた炭素膜中では、水に起因する酸化種により、非ダイヤモンド成分が優先的にエッチングされたためと考えられる。

4. 結言

マイクロ波水素プラズマ化学輸送法において、成膜雰囲気中への水添加がダイヤモンド膜の合成特性に及ぼす影響を調査した。その結果、水蒸気由来の酸化種により非ダイヤモンド成分が強くエッチングされることで、ダイヤモンド膜の高品質化が可能となった。

[1]東後 他：2019 年度精密工学会春季大会学術講演会 K47

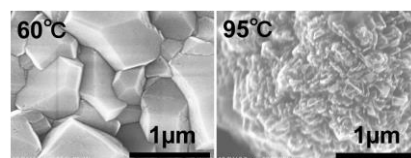


Fig. 1 SEM images of carbon films with water added at each water temperature.

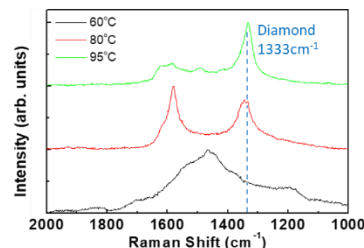


Fig. 2 Raman spectra of carbon films with water added at each temperature.