

「ホウ素ドーパダイヤモンド中のホウ素存在状態の評価」

利用者 今瀬 肇¹、安藤 豊²、吉川 博道²
 所属 ¹茨城県企画部、²トーメイダイヤ株式会社

1. はじめに

ダイヤモンドは電位窓が広くかつ耐腐食性に優れていることから、汚水処理やフッ素ガス発生用など各種化学電極としての応用が期待され、開発が進んでいる。化学電極としては、一般にホウ素(B)をドーパした導電性ダイヤモンド(BDD)を用い、その性能は、ダイヤモンドの結晶品質およびBの濃度・存在状態が深く関わっていると予想される。しかしながら、走査電子顕微鏡による表面形態観察、ラマン分光による膜質評価結果と化学電極としての性能との明確な相関は得られていない。結晶構造評価はX線回折で可能だが、軽元素(B)の存在状態を評価するのは困難である。これに対し、中性子回折ならば、結晶構造だけでなくCとBの吸収断面積の違いなどから、ダイヤモンド中に存在するBに関して評価出来る可能性があると考えられる。本実験では、B仕込み量が異なる3種のBドーパダイヤモンドを準備し、中性子回折により評価を行うことにより、ダイヤの結晶構造およびBの存在状態に関する知見を得られるかどうかを試みた。

2. 実験方法

熱フィラメントCVD法により、Si基板上に表1に示す三種のBDDを作製した。得られたダイヤモンド膜は図1に示す手順で、試料容器に充填し、中性子回折による評価に供した。

表1 中性子回折評価に用いたダイヤモンド試料

	試料1	試料2	試料3
ホウ素仕込み量* [ppm]	5,000	15,000	0

* CVD雰囲気ガス中のB/C比をppmで示しており、試料中のホウ素でない。

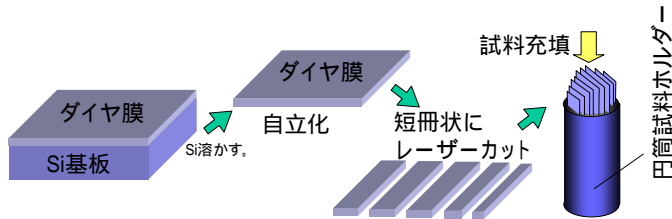


図1 ダイヤモンドサンプルの充填手順

3. 実験結果

得られた中性子回折の結果は各サンプルとも通常のダイヤモンドの(111)、(220)、(311)のピークを強く示し、懸念されたサンプル量の不足による回折強度不足は見られず、サンプル作製方法に問題が無いことを確認できた。

それぞれのピークはボロンのドーパ量の増加に伴い低角側にシフトしていることから、ボロンの取り込み量に伴い格子間隔が広がっていることが示された。図2に(220)面の測定結果を示す。特に15000ppmの高ドーパサンプルに関しては、ピークの対象性が大きく損なわれ、単一のVoigt関数によるフィティングが不可能となり、ボロン由来の構造を考慮する必要性も示された。

4. まとめ

今回の評価結果からサンプリング手法に問題が無いことが確認でき、回折以外の構造解析への展開が容易である可能性が示された。構造解析手法としてはボロンの高い吸収係数によるバックグラウンドや、ピーク強度の変化が見られず、評価方法としてはXRD同等と言える。しかしながら評価時に、サンプルの中性子透過イメージをコントラストが高い状態で容易に得られることが確認できたことから、その濃度はボロンの取り込み量に強く関連していると考え、通常、SIMS等の時間のかかる破壊評価でしか定量が難しい、ダイヤモンド中のボロン取り込み量を容易に評価出来る有効な手法として、中性子が活用できる事がわかった。今後さらに、中性子ラジオグラフィなど種々の評価を行い、ダイヤモンド中のBの存在位置を微視的(粒界・成長セクタ)・巨視的(基板内のドーパむら)に観察することなどにより、ホウ素ドーパダイヤモンドの化学電極としての性能向上に関する知見を得たい。格子定数は773 Kの方が296 Kより大きな値を示した。

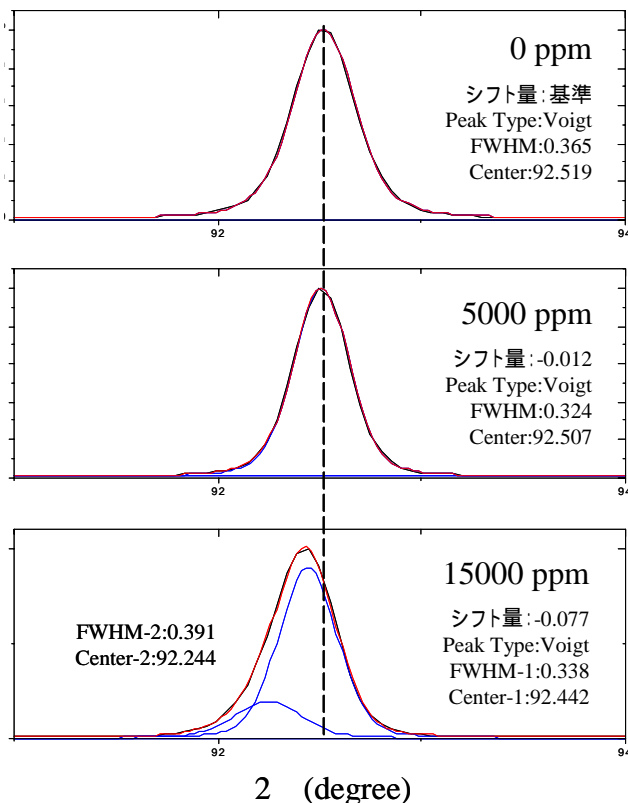


図2 (220)の中性子回折結果、(a)0ppm, (b)500ppm, (c)15000ppm.