

— **実施課題番号** : 2005B0771

利用日 : 2005 年 10 月 5 日 10 時 ~ 2005 年 10 月 7 日 10 時

2005 年 10 月 10 日 10 時 ~ 2005 年 10 月 12 日 10 時

— **実施課題名** :

高品質グラファイトフィルムからのダイヤモンドフィルム合成のその場観察

— **実験責任者所属機関及び氏名** :

株式会社カネカ エレクトロニクス RD センター 村上睦明

(共同研究者)

大阪大学極限科学研究センター 中本有紀

大阪大学極限科学研究センター 加賀山朋子

大阪大学極限科学研究センター 清水克哉

— **使用ビームライン** : BL10XU

— **実験経過** :

### 1. 目的

本研究はグラファイトフィルムから、室温のもとで高圧合成によりダイヤモンドフィルムを直接合成することを目指し、その製造の可能性を追求する上で、グラファイト構造からの構造変化をその場観察する。これは全く新しい高結晶性ダイヤモンドフィルムの製造方法である。フィルム状の高結晶性のダイヤモンドは究極の高機能材料として、その性能・製造方法ともに産業・社会に大きなインパクトをあたえたと考える。

### 2. 方法

ポリイミドフィルムを加熱することによって作成された高品質のグラファイトが従来にない熱伝導特性を持つことがわかり、その物性が注目されている。ダイヤモンドアンビルセルを用いて、試料となるグラファイトシートを様々な圧力媒体（ヘリウム、混合アルコール、オイル等）とともに封入し圧力を印加する。圧力を変化させると同時に試料からの回折像を拾得してその構造変化を測定する。試料はその厚みや結晶性の違うものを用意し、合成後の結晶性に与える影響を調査する。出発試料の依存性は欠かせない情報である。

圧力発生装置はダイヤモンドアンビルセルを用い、室温高压下ラマン分光測定および室温・高温下でX線回折実験を行った。グラファイト試料(カネカ社製、厚さ 5  $\mu\text{m}$ )はレーザー加工機を用いて直径 60  $\mu\text{m}$ に切り出した。X線回折実験はSPring-8の BL-10XUで行った。

### 3. 結果および考察

Fig. 1にHeを圧力媒体としたときの1.8 GPaから 40.3 GPa までの室温下でのX線パターンを示す。18.8 GPa で六方晶ダイヤモンドのピーク(h-D)が現れ、グラファイトのピークは23.7 GPa では消失している。このグラファイトと六方晶ダイヤモンドの共存する圧力領域は過去の報告と比べて極めて狭い。これは試料の高結晶性によるものと思われる。16 GPa においてレーザー加熱を行った際に観測したX線回折パターンからは、高温下で六方晶ダイヤモンドに加えて立方晶ダイヤモンドのピークが見られ、立方晶ダイヤモンド生成のその場観察に成功した。その後室温にまで冷却後でも立方晶ダイヤモンドは残存していることがわかった。

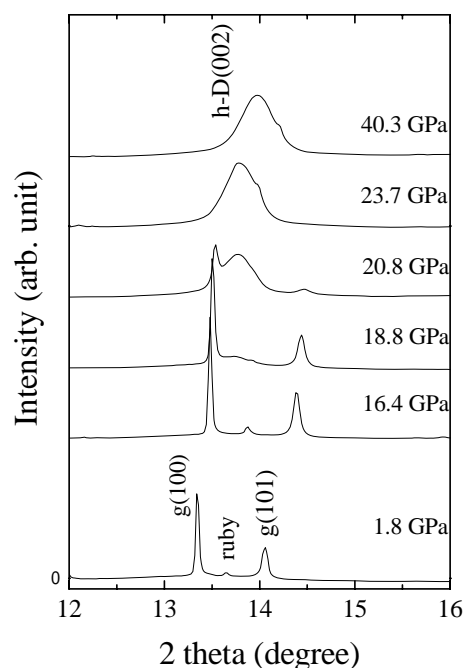


Fig. 1 室温高压下でのグラファイトのX線回折パターン g: graphite  
h-D: hexagonal diamond