

令和元年6月3日現在

機関番号：12501

研究種目：挑戦的研究(萌芽)

研究期間：2017～2018

課題番号：17K18820

研究課題名(和文)ダイヤモンドメタモルフォーゼスライシングの提案と検証

研究課題名(英文)Laser-induced modification of diamond

研究代表者

森田 昇(Morita, Noboru)

千葉大学・大学院工学研究院・教授

研究者番号：30239660

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,800,000円

研究成果の概要(和文)：ダイヤモンドの大型の結晶が作製できるようになり応用が試みられている。この結晶を利用するにはスライスなど行い所望の形状に成形する必要がある。しかし結晶塊からのスライシングについては、小さい溝幅での切断は困難である。高ピークパワーのパルスレーザーをダイヤモンド内部に集光することで、内部をグラファイト化できる。グラファイトはダイヤモンドと異なり、熔融塩などに溶解する。このため、切断面に沿ってグラファイト化し、グラファイトのみを溶解することで分離できる。そこで、本研究では、レーザー照射によりダイヤモンド内部をグラファイト化し、グラファイト部分の評価を行い、照射条件との関係を明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

ダイヤモンドは硬く脆いため、切断が困難である。そこで、小さい切りしろで切断する方法について、検討した。ダイヤモンドにレーザー光を照射し、照射した部分をグラファイトに変質する。グラファイトはある薬品に溶解するため、レーザーを照射した部分のみを溶解できる。レーザー照射条件と変質のメカニズム、変質部分の評価を行った。

研究成果の概要(英文)：Diamond is expected to be utilized as a semiconductor material because it has excellent dielectric strength and thermal conductivity. Slicing a bulk diamond into wafers with small kerf loss is required. Therefore, a high-yield slicing method by etching laser-induced modified layer inside diamond has been studied. The modified layer was formed by scanning laser focus. However, this method had a problem that only a part of the modified area was etched because it was discontinuous. In this study, modified lines were formed under various processing conditions. Modified lines were evaluated by electric conductivity. As a result, higher electric conductivity modified line was obtained under a higher scanning rate and lower energy and with a higher NA lens and longer pulse duration laser.

研究分野：精密加工

キーワード：レーザー ダイヤモンド

1 . 研究開始当初の背景

ダイヤモンドの合成技術が進歩し、高品位で大型の結晶が作製できるようになり、半導体材料等への応用が試みられている。現状、1 インチウエハの合成が報告され、さらに大型化を目指して開発が進められている。この結晶を利用するにはスライスなど行い所望の形状に成形する必要がある。ダイヤモンドは高硬度であるため機械的な加工が困難であり、レーザーで成形されることが多い。しかし結晶塊からのスライシングについては、深く加工する必要があり小さい溝幅での切断は困難である。

2 . 研究の目的

ダイヤモンドは真空中で 1700 に加熱するとグラファイトに変化する。高ピークパワーのパルスレーザーをダイヤモンド内部に集光し、多光子吸収をおこす方法でも、内部をグラファイト化できる。これまでに、グラファイト化によりダイヤモンド内部に電気伝導層を形成した報告がされている。グラファイトはダイヤモンドと異なり、熔融塩などに溶解する。このため、切断面に沿ってグラファイト化し、その後、熔融塩に浸漬することで、グラファイトのみを溶解でき分離（スライス）できる。

そこで、本研究では、グラファイトのグラファイト化によりダイヤモンド内部をグラファイト化し、グラファイト部分の評価を行い、照射条件との関係を明らかにした（図 1）。

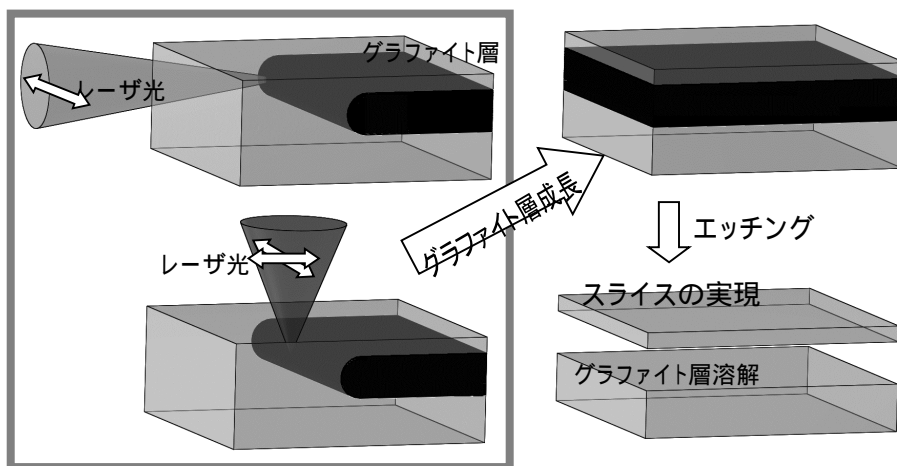


図 1 プロセスの概念図

3 . 研究の方法

試料は結晶面(100)を表面にもつ HPHT 単結晶ダイヤモンドを用いた。レーザー光源には、自作したピコ秒パルスレーザーを用いた。表 1 に同レーザーの仕様を示す。図 2 に、実験装置の写真、図 3 に模式図を示す。ステージを移動させることで、レーザーの焦点を試料裏面から表面方向に走査し、試料内部に変質線を形成した。加工の様子は、レーザー光軸方向と光軸垂直方向から観察した。本実験では、加工条件として走査速度、パルスエネルギー、対物レンズの開口数(NA)を変化させて加工を行った。変質線の太さおよび電気抵抗値を測定し、変質線を一樣な円柱と仮定することで、導電率を算出した。

表 1 ピコ秒レーザー仕様

Wave length	[nm]	1064
Pulse duration	[ps]	< 60
Repetition rate	[kHz]	500
Beam quality		$M^2 = 1.48$

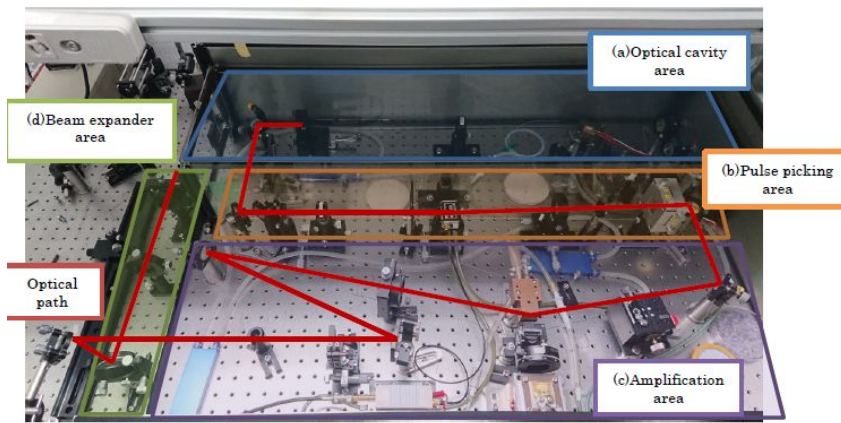


図2 実験装置，ピコ秒パルスレーザ

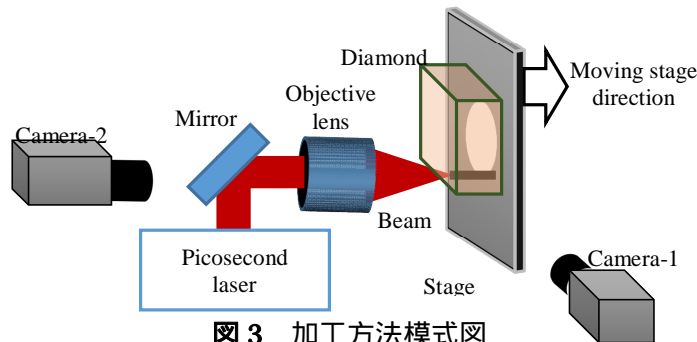


図3 加工方法模式図

4. 研究成果

加工条件を，パルスエネルギー $2 \mu\text{J}$ ， $\text{NA}=0.5$ とし，走査速度を変化させた．図 4(a)，(b) それぞれに代表例として，走査速度 $100, 6400 \mu\text{m/s}$ における加工後試料の光学顕微鏡画像を示す．走査速度の違いによる変質線形状の違いはほとんど見られなかった．図 5 に，走査速度と導電率の関係を示す．走査速度の増加に伴い，導電率が増加した．

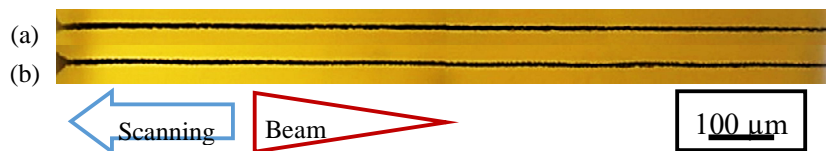


図4 ダイヤモンド内部のグラファイト線

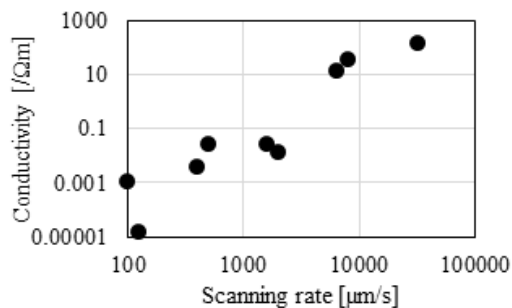


図5 グラファイト線の導電率

図 6 に，走査速度と加熱前後の導電率の関係を示す．走査速度の増加に伴い，加熱前後の導電率の差が減少している．図 7 に，各走査速度で形成した変質線端部より得られたラマンスペクトルを示す． sp^2 結合の組織で見られる特徴的なピークである D ピーク (1353 cm^{-1} 付近)，および G ピーク (1597 cm^{-1} 付近) がある．走査速度の増加に伴い， $I(\text{D})/I(\text{G})$ 値が減少した．真空加熱において，走査速度の増加に伴い，加熱前後の導電率の増加割合が減少していた．

このことから、走査速度の増加により、生成される変質線に含まれる sp³ 結合組成比が減少したことが推測できる。したがって、変質線中央部では、走査速度の増加により、sp² 結合の組成比が増加し、グラファイトの結晶性が向上した。

これらの結果から、走査速度の増加に伴い、変質線中央部の sp² 結合の組成比が増加し、また変質線端部のナノグラファイトの結晶粒径が増大した。これにより、変質線の導電性が向上したと考える。

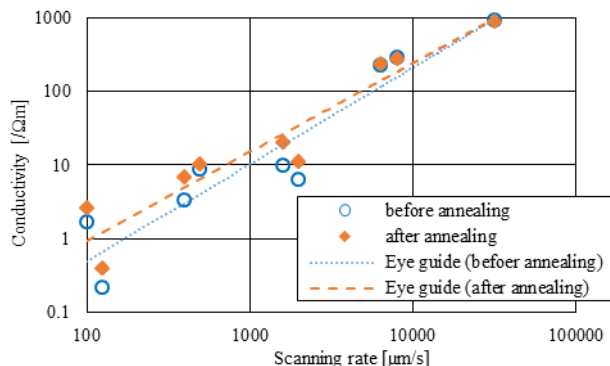


図 6 導電率変化

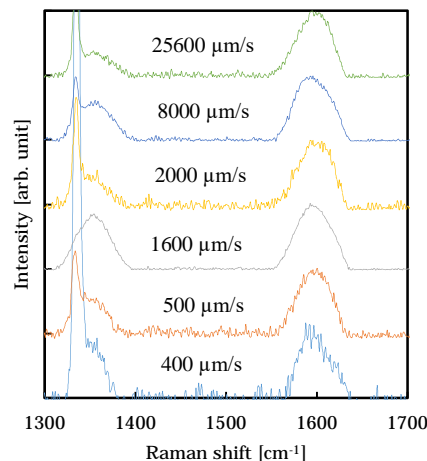


図 7 ラマンスペクトル

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 1 件)

1) Haruna Hirai, Hirofumi Hidai, Souta Matsusaka, Akira Chiba, Yoshiaki Mokuno, Makoto Yamaguchi, Noboru Morita: Diamond Slicing by ultrashort laser-induced graphitization and further nanosecond laser illumination, *Diamond Relat. Mat.* **96** (2019) 126-133, 査読有.

〔学会発表〕(計 2 件)

1) 佐藤正隆, 比田井洋史, 松坂壮太, 千葉明, 森田昇: ピコ秒パルスレーザーによるダイヤモンドの内部変質の研究, 2019 年度精密工学会卒業研究発表会発表論文集, (2019) 51-52.
2) 徳永大二郎, 比田井洋史, 松坂壮太, 千葉明, 森田昇: 超短パルスレーザーによるダイヤモンド内部加工, 2018 年度精密工学会卒業研究発表会発表論文集, (2018) 83-84.

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

出願状況 (計 0 件)

取得状況 (計 0 件)

〔その他〕

なし

6. 研究組織

(1) 研究分担者

研究分担者氏名: 比田井 洋史

ローマ字氏名: Hirofumi Hidai

所属研究機関名: 千葉大学

部局名: 大学院工学研究院

職名: 教授

研究者番号 (8 桁): 60313334

研究分担者氏名: 松坂 壮太

ローマ字氏名: Souta Matsusaka

所属研究機関名: 千葉大学

部局名: 大学院工学研究院

職名: 准教授

研究者番号 (8 桁): 30334171

(2)研究協力者

なし

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。