

グラファイト内部に埋もれたナノダイヤモンドの  
放射光マイクロビーム X 線回折による検出  
**Detection of nano-diamond inside graphite  
using synchrotron X-ray microbeam**

佐野智一<sup>a</sup>、高橋謙悟<sup>a</sup>、坂田修身<sup>b</sup>

Tomokazu Sano<sup>a</sup>, Kengo Takahashi<sup>a</sup>, Osami Sakata<sup>b</sup>

<sup>a</sup>大阪大学大学院工学研究科、<sup>b</sup>財団法人高輝度光科学研究センター

<sup>a</sup>Graduate School of Engineering, Osaka University, <sup>b</sup>JASRI

フェムト秒レーザー照射した高配向性グラファイトの結晶構造を放射光 X 線回折法によって分析したところ、六方晶ダイヤモンドが合成されていることが確認された。六方晶ダイヤモンドはフェムト秒レーザー駆動衝撃波によって誘起されたと考えられる。斜入射 X 線回折法により X 線入射角度を変化させることによって六方晶ダイヤモンドの深さ方向分布を調べたところ、六方晶ダイヤモンドは表面から深さ数 10  $\mu$ m 辺りまで存在することがわかった。

We found that hexagonal diamond was synthesized in the femtosecond laser-irradiated highly oriented pyrolytic graphite as a result of the synchrotron X-ray diffraction measurement. The hexagonal diamond seems to be induced by the femtosecond laser-driven shock wave. Depth profile measurement of the hexagonal diamond was performed using the grazing incidence XRD method. As the result, it was found that the hexagonal diamond exist around several tens of micron deeper than the surface.

### 研究背景と目的

炭素の相図を Fig. 1 に示す。我々は 2005B 期に BL13XU において、フェムト秒レーザー照射した高配向性グラファイト (HOPG) 中に六方晶ダイヤモンドが存在することを確認した [Proposal No. 2005B0430]。このときのレーザー照射条件は、波長 790 nm、パルス幅 120 fs、パルスエネルギー 40 mJ、レーザー強度  $10^{16}$  W/cm<sup>2</sup> であった。測定条件は、X 線波長 0.09901 nm、X 線ビームサイズ横 2.0 mm、縦 0.8 mm、 $\theta - 2\theta$  法であった。六方晶ダイヤモンドが合成された駆動力はフェムト秒レ

ザー駆動衝撃波であると考えられる。合成されたのが立方晶ダイヤモンドではなく六方晶ダイヤモンドであった理由としては、1) 立方

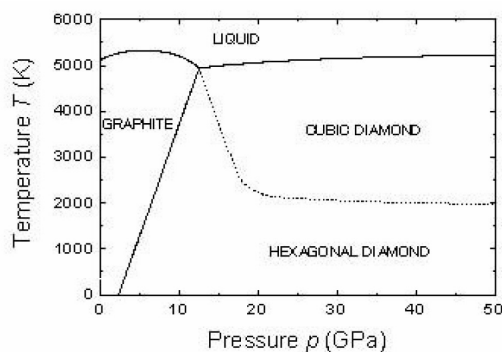


Fig. 1 Phase diagram of carbon.

晶ダイヤモンド存在領域にまで衝撃圧力が到達しなかった、2) 衝撃圧縮中に立方晶ダイヤモンドがいったん合成されたが、圧力解放に伴い逆反応が起こった、の2つが考えられた。

そこで2006A期では、2005B期と比較して低強度のフェムト秒レーザーを照射したHOPGの結晶構造解析を行い、合成されたダイヤモンド構造を同定した。

### 実験方法

HOPGの(100)面に空气中でフェムト秒レーザー(波長800 nm、パルス幅100 fs、レーザー強度 $10^{14}$  W/cm<sup>2</sup>)を照射した。X線回折測定はBL13XUの第1ハッチで行った。測定に用いたX線の波長は0.09982 nm、ビームサイズは横1.0 mm、縦0.05 mmであった。検出器としてシンチレーションカウンターを用いて斜入射X線回折測定を行った。

### 実験結果及び考察

X線入射角度 $\alpha = 0.1, 0.2, 0.5$  degに対するX線プロファイルをFig. 2に示す。この時の検出器の刻み角度は0.02 deg/step、露光時間は10 s/stepであった。グラファイト(図中G)と六方晶ダイヤモンド(図中h-D)のピークが確認された。グラファイトの(004)面以外に、(100), (101), (102)面のピークが確認された。これは、グラファイトの配向性が乱れた為と考えられる。また、六方晶ダイヤモンドの(100), (002), (101)面のピークが確認された。X線の入射角度が小さくなるにつれて、これらのピークはいずれも大きくなっていることがわかる。X線波長0.09982 nmのグラファイトに対する臨界角度は0.14 degであるにも関わらず、臨界角度より小さい入射角度0.1 deg

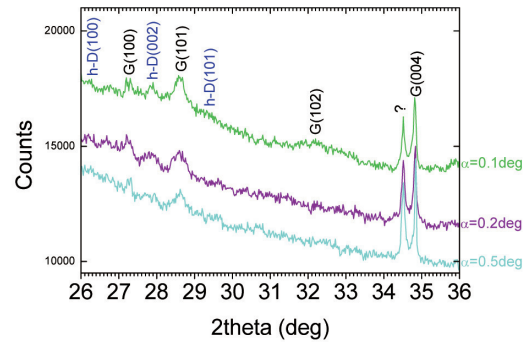


Fig. 2 XRD profiles of the femtosecond laser-irradiated HOPG for the glancing angles of 0.1, 0.2, and 0.5 deg.

でピークが確認されているのは、フェムト秒レーザー照射によってHOPGの表面粗さが大きくなった為と考えられる。

### 結論

比較的低強度のフェムト秒レーザーを照射した高配向性グラファイトの結晶構造を放射光斜入射X線回折法によって分析したところ、六方晶ダイヤモンドがグラファイト内部に合成されていることが確認された。六方晶ダイヤモンドはフェムト秒レーザー駆動衝撃波によって誘起されたと考えられる。斜入射X線回折法によりX線入射角度を変化させることによって六方晶ダイヤモンドの深さ方向分布を調べたところ、六方晶ダイヤモンドは表面から深さ数10 $\mu$ m 辺りまで存在することがわかった。

### 今後の予定

今後は、フェムト秒レーザーの強度が六方晶ダイヤモンド合成に及ぼす影響を調べ、フェムト秒レーザー駆動衝撃波による六方晶ダイヤモンド合成機構を明らかにする為の実験を行う。

## キーワード

### ・フェムト秒レーザー

フェムト秒オーダー（フェムトは  $10^{-15}$ ）のパルス幅のレーザーの事を指す。レーザー電場の強度はレーザーパルスエネルギーに比例し、パルス幅とスポットサイズに反比例する。従ってフェムト秒レーザーの電場強度は極めて大きい為、フェムト秒レーザーを物質に照射すると多くの非線形現象が誘起される。