

課題番号 : F-16-AT-0014  
利用形態 : 技術代行  
利用課題名(日本語) : グラフェン形成評価  
Program Title (English) : Investigation of multi-layered graphene growth  
利用者名(日本語) : 松本 貴士  
Username (English) : T. Matsumoto  
所属名(日本語) : 東京エレクトロン株式会社  
Affiliation (English) : Tokyo Electron Limited

## 1. 概要(Summary)

固相析出による触媒金属からのグラフェン成長を検討している。本課題では触媒として使用するニッケル(Ni)や助触媒として使用する金(Au)やタングステン(W)について、基板に対して安定的な積層構造を形成可能かどうか調査した。

## 2. 実験(Experimental)

### 【利用した主な装置】

【NPF026】RF・DC スパッタ装置

【NPF040】高速昇降温炉(RTA)

### 【実験方法】

石英ガラス基板(非晶質 SiO<sub>2</sub> 基板)、水晶基板(結晶質 SiO<sub>2</sub>)、酸化膜付きシリコン基板に、スパッタにて Au 膜、Ni 膜、W 膜を成膜した。積層膜は、別途炭素の膜を形成し、W/Ni/C/Ni/Au/基板とした。Ni 膜は炭素を挟み込むように上下に成膜しており、それぞれ下側 Ni 層は 25、50、75 150 nm、上側 Ni 層は 0、75、100、125 nm を成膜した。Au 膜厚は 10 nm、W 膜厚は 25 nm に設定して成膜した。全ての成膜を室温で実施した。各層の成膜条件の概要は Table 1 に示した通りである。積層膜を形成した試料は、真空中で 650℃または 550℃で熱処理を実施した。昇温レートは 10℃/sec、降温は自然冷却とした。

Table 1 Process conditions of thin-layer deposition.

膜種	Au	下側 Ni	上側 Ni	W
膜厚	0, 10 nm	25-150 nm	0-125 nm	25 nm
成膜温度	室温	室温	室温	室温

## 3. 結果と考察(Results and Discussion)

下側 Ni の成膜後は基板表面への Au の成膜有無に関わらず膜剥がれ等はなく、均一な成膜ができた。つづいて形成した炭素膜に関しても、膜剥がれや成膜ムラはなく、問題なきことを確認した。さらに、炭素成膜後の上側 Ni の

成膜および W の成膜についても、密着性の問題等は発生せず、均質な膜ができた。成膜が可能だった組み合わせを Table 2 にまとめた。

Table 2 Results of depositions.

界面 (基板側・成膜種)	結果
基板・Au	問題なし
基板・Ni	問題なし
Au・Ni	問題なし
Ni・炭素	問題なし
炭素・Ni	問題なし
Ni・W	問題なし

また、積層膜形成後の熱処理工程で、膜の剥がれが観察されたが、熱膨張係数の異なる水晶と石英ガラスで状況が特に変わらないことと、剥がれた膜の形状等から、膜剥がれの原因は、基板・薄膜間や各種成膜した薄膜間の界面ストレスではなく、堆積した膜中あるいは層間の吸着ガスが熱により膨張したことと考えられる。この問題は、脱ガス工程の導入により回避できる。以上の結果により、本課題で作製した積層構造基板は、グラフェンの固相析出成長における実験用基板として用いることが可能であると結論付けられる。今後、ラマン散乱分光法や電子顕微鏡等による分析を行い、成長したグラフェンの形状や品質を調べると共に、高品質なグラフェン形成方法の確立に向けた検討を実施する。

## 4. その他・特記事項(Others)

謝辞:この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託業務の結果得られたものである。

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation):なし。

6. 関連特許(Patent):なし。