課題番号　　　　　　　　　　:F-18-UT-0085
利用形態　　　　　　　　　　:機器利用
利用課題名(日本語)　　　　:プラズマ利用イオン注入法を用いたグラフェンの$SiO_2$/Si基板への直接合成
Program Title (English)　:Direct Formation of Graphene on SiO2/Si substrate with PBII method
利用者名(日本語)　　　　:米山長春
Username (English)　　　:C. Yoneyama
所属名(日本語)　　　　　: 東京大学大学院工学系研究科機械工学専攻
Affiliation (English)　　: University of Tokyo
キーワード／Keyword　　:成膜・膜堆積, スパッタ, グラフェン

## 1. 概要(Summary)

炭素の二次元原子であるグラフェンの合成法として現在熱CVD法が最も広く用いられているが，この手法で合成したグラフェンを機能性材料として用いるためには触媒膜上から目的基板上へと複雑なプロセスを経て転写する必要があり，グラフェンを実用化する上での大きな障壁となっている．本研究では$CH_4$プラズマを利用して炭素を注入したNi膜とCu膜を$SiO_2$/Si基板上に積層しアニーリングすることで簡便に大面積なグラフェンを基板上に直接合成する新手法を提案する．

【利用した主な装置】

高密度汎用スパッタリング装置

【実験方法】

$SiO_2$/Si基板上にNi膜を成膜し，Ni膜中に$CH_4$ガスをソースとしプラズマ利用イオン注入装置(栗田製作所)を用いて炭素イオンを注入した．注入後のNi膜上にCu膜をさらに成膜して作成した構造を真空炉を用いて加熱した．Ni膜とCu膜の成膜にはマグネトロンスパッタ装置(芝浦CFS-4ES)を用いた．加熱後触媒金属膜を塩化鉄水溶液によりエッチングして取り除き，露出した基板上のグラフェンをラマン分光法および走査型電子顕微鏡を用いて観察した．Niの膜厚を 50 nm, 150 nm, Cuの膜厚をそれぞれ 50 nm, 350 nmの 2 通りずつに変化させ計4種類のサンプルを作成した．

## 3. 結果と考察(Results and Discussion)

Fig. 1 に高温加熱したサンプル（Ni:50 nm Cu:350 nm）をエッチングして触媒を取り除く前と後に測定したラマンスペクトルを示す．エッチング前の触媒表面では特徴的なピークは見られないのに対し，エッチング後の基板では全面ではグラフェン特有のスペクトルピーク（1350 $cm^{-1}$, 1580 $cm^{-1}$, 2680 $cm^{-1}$）が観察され，触媒と基板の界面にのみ選択的にグラフェンが合成されたことが分かった．またそれぞれのピーク強度比から合成されたグラフェンが複層であり欠陥を含むことが分かった．さらにNi, Cuそれぞれの触媒膜の膜厚を変化させたところ，Cuの膜厚はほとんどグラフェンの形成に影響を及ぼさなかったのに対し，Niの膜厚については比較的薄い場合にのみグラフェンの合成が確認された．

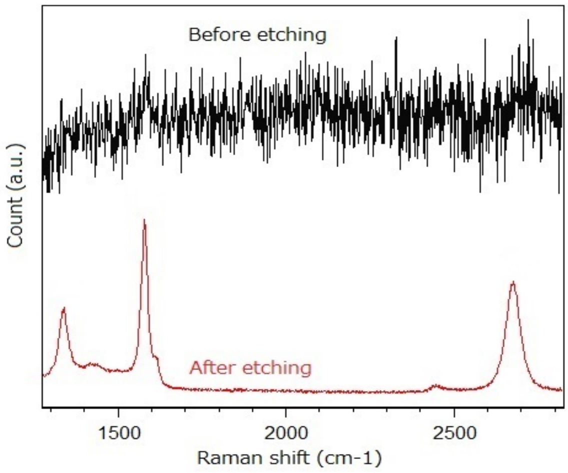


Fig. 1 Raman spectra obtained from the sample (Ni:50 nm Cu:350 nm) before and after etching process.

## 4. その他・特記事項(Others)

本研究の一部は東京大学超微細リソグラフィー・ナノ計測拠点の支援を受けて実施されました。

## 5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

(1) 米山長春, 崔埈豪, トライボロジー会議 2019 春 東京, 2019 年 5 月 20 日．

## 6. 関連特許(Patent)

なし