

# グラフェン伝導層を用いた 絶縁物のオージェ電子分光分析前処理手法の開発

応用技術課 鴨井 督

## はじめに

オージェ電子分光分析 (Auger Electron Spectroscopy; AES) は材料の極表面 (数ナノメートル) における微小部分の元素分析が可能であることから、最表面分析や薄膜材料の評価に対して、製品の開発から品質管理まで幅広く活用されています。しかしながら、その測定対象は伝導性を持つ材料に限られている現状があり、絶縁性の高い材料に対してはそのままでの測定はできず、前処理が必要になります。一般的には、測定対象表面に金属をコートする等の対策がなされていますが、AES分析の測定深さが数ナノメートルしかないことから、金属膜をそれ以下の膜厚で均一に成膜する必要があります。そのため、曲面等の複雑形状を有する材料に対しては、極薄の金属膜を試料表面に保持させることは困難です。

そこで、本研究では層状材料であるグラフェンに着目しました。グラフェンは炭素原子が蜂の巣状に結合した単原子層の厚さしか持たないシート状物質です。驚異的な電気・電子・機械的特性を有していることから、様々な分野での応用が期待されている材料です。本研究ではグラフェンの持つ単原子層という薄さと高い電子移動度に着目し、図1に示したようにAES分析の前処理に用いられる金属層をグラフェンに置き換えることで絶縁物のAES分析を実現しました。

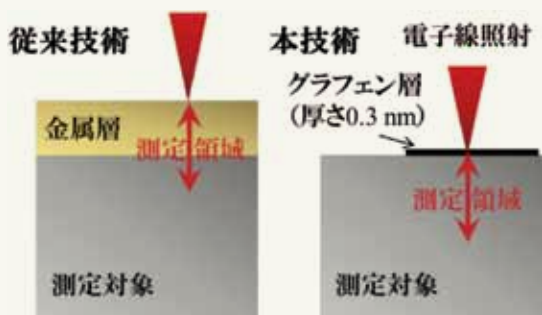


図1 グラフェンを用いたAES分析のイメージ図

## 実験方法

本研究では化学気相堆積法 (Chemical Vapor Deposition; CVD) により作製されたグラフェンを使用しました。CVD法は大面積基板上へのグラフェン均一成膜に適した手法であり、グラフェン層数の制御も可能です。ここでは、銅箔上に成膜された単層グラフェンを使用しました。

CVD法により作製されたグラフェンを分析対象上へ移し替えるため、ポリメタクリル酸メチル樹脂 (Poly(methyl methacrylate); PMMA) を保護層とした転写工程を実施しました。工程は

①グラフェン上へのPMMA溶液塗布、②銅エッチング、③対象基板上へ保持、④PMMAエッチングで、この工程によって、単層グラフェン膜が対象基板上へ均一に保持された状態となります。

## 結果

図2にMg系セラミックス基板上にグラフェンが保持された試料のAESスペクトルを示します。通常、セラミックスは高い絶縁性を持つため、そのままでの電子顕微鏡観察は困難ですが、その上にグラフェン膜を保持することで図1に示したように明瞭な電子顕微鏡像が観察されました。また、AESスペクトルより、Mg系セラミックス基板に由来するMgとOのオージェピークが取得されました。これは、グラフェン層を透過して基板情報が取得されていることを意味しており、グラフェンが効果的な伝導膜として機能していることを意味しています。また、セラミックスの1粒子のみが観察可能であることから、微小部最表面分析が実現されました。

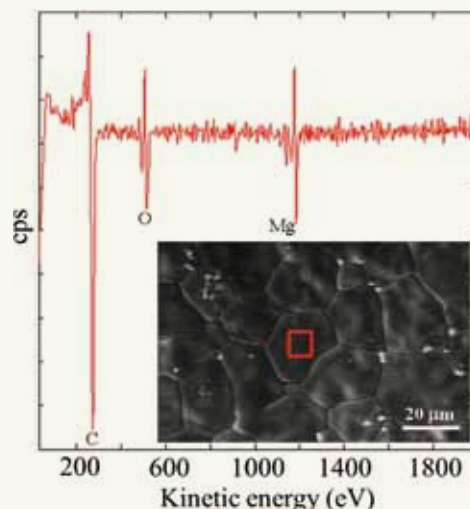


図2 セラミックス基板のAES分析結果

## 今後の展望

セラミックスに代表される高絶縁性微粒子の測定が可能であることから、種々の材料に対して本手法を用いることで、AES分析の適用が可能となります。また、AES分析に限らず、エネルギー分散型X線分析等の電子顕微鏡技術やX線光電子分光分析への利用も期待されます。加えて、グラフェンは柔軟性を持ち合わせていることから、本技術は曲面形状を有する測定対象への展開が見込まれます。

お問い合わせ先

京都府中小企業技術センター 応用技術課 表面・微細加工担当 TEL:075-315-8634 FAX:075-315-9497 E-mail:ouyou@mtc.pref.kyoto.lg.jp