

# CVD法によるグラフェンの作製

応用技術課 鴨井 督

## はじめに

グラフェン(graphene)は炭素原子の共有結合(sp<sup>2</sup>混成軌道)のみで構成されたシート状物質です。このグラフェンシートを円筒状に巻いたカーボンナノチューブや球状に丸めたフラーレンといった構造はよく知られており、グラフェンはこれらの基本構造となります。グラフェンはその構造に由来して、透明であり、かつ驚異的な電気・電子・機械的性質を持つことから、電子デバイスの代替材料や透明電極、配線材、補強材など、様々な場面での応用が期待されています。しかし、グラフェンの商業的利用を実現するためには作製方法、製造コストを含めて多くの課題があるのが現状です。

特にグラフェンの大面積生産法で期待されている化学気相堆積法(Chemical Vapor Deposition; CVD)は、熱やプラズマを用いて、原料ガスを反応性が高い状態にすることで基板上に目的の物質を成長させる方法です。大面積基板上へのグラフェン均一成膜に適し、スケールアップも容易な手法です。ここではCVD法に着目し、グラフェンの成膜について検討しました。

## 実験方法

本研究にあたって、エタノールを炭素源とした熱CVD成膜装置(図1)を作製しました。グラフェン成膜は成長温度985℃、アルゴン及び水素ガスの混合雰囲気中で実施しました。グラフェンをCVD法により作製するためには、一般的にニッケル(Ni)や銅(Cu)などの遷移金属が用いられ、これらが触媒として作用することで、その上にグラフェンが大面積に成膜されます。本研究では種々の市販銅箔基板(99.9%(3N)、99.99+(4N)、99.999%(5N)、99.9999%(6N))を用いることで、触媒金属がグラフェンに与える影響を考察しました。



図1 CVD装置

試料の評価にあたり、銅基板の結晶配向性評価にX線回折装置(XRD)の極点図測定を、成膜されたグラフェン膜の評価には顕微ラマン分光装置(励起波長532nm)を用いました。

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@kptc.jp

## 結果および考察

図2にグラフェン成長後の銅基板のCu(111)および(200)回折線に着目したXRD極点図を示します。極点図分析は回折角度を一定に保った状態で、試料をあらゆる方向に回転させることによって、その強度分布により結晶方位分布を評価する手法です。今回購入した銅基板については、特に3N及び5N材で高い配向性を有することが確認されました。これは製造メーカーによって作製工程が異なるためであり、基板材料の選定が重要であることを示す結果です。

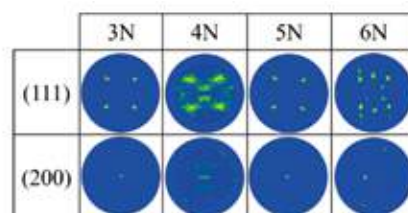


図2 銅基板のXRD極点図

図3にCVDグラフェンのラマンスペクトルをそれぞれ示します。図3より、純度の高い5N及び6N材上に成膜されたグラフェンについては、結晶欠陥由来のDピークが小さく、かつ、2DピークがGピークより強いという単層グラフェン特有のスペクトルが確認されました。この結果から、銅基板の純度がグラフェン品質に影響を与えていることが示唆されます。一方で3N材と4N材を比較しますと、4N材に比べて、3N材の方がシャープなラマンピーク形状を示しました。図2より3N材の方が高い配向性を有していることから、銅基板の配向性もグラフェンに大きく影響することが窺えます。

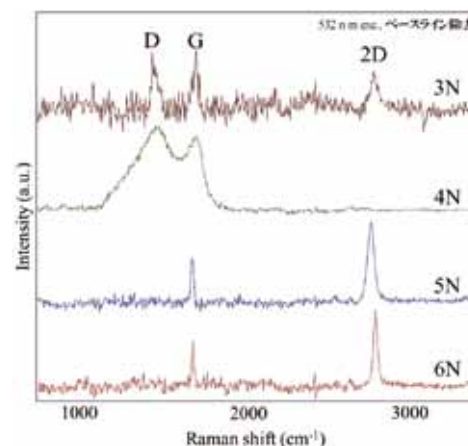


図3 ラマンスペクトル

これらの結果から、CVDグラフェンの結晶品質は銅基板の純度及び配向性の2つの因子が関連していることがわかりました。故に、結晶配向性が高く、かつ高純度の触媒金属基板を使用することで、さらに高品質なグラフェンが作製可能であることが推察されます。