

BaF₂ 基板上的アルコールCVD グラファイティックカーボン成長Formation of nano-crystalline carbon on BaF₂ substrate by Alcohol-CVD○曇 艶¹、中村 篤志¹、久保野 敦史¹ (1. 静大院工)°Yan Tan¹, Atsushi Nakamura¹, Atsushi Kubono (1. Grad. School of Eng, Shizuoka Univ.)

E-mail: tanyan925@gmail.com

1. はじめに

グラファイティックカーボン(g-C) 膜を直接基板上に成膜する手法として MBE 法や Si, SiC (IV 族)^[1]、GaAs (III-V) や MgO (II-VI)^[2]、サファイアやマイカ^[3,4]、SiO₂^[5] 基板上へのアルコール原料CVD 法が試みられている。これらは層状カーボンナノ構造を示しており、基板表面に存在する酸素原子が C 原子をグラファイト化させると予想されている。今回は酸素より電気陰性度の高いフッ素に着目し、BaF₂ 基板上への直接成長を試みた。

2. 実験方法

電気炉加熱の合成石英反応管をロータリーポンプで排気し 0.05Torr を維持した状態で、設定温度に到達するまでの間アルゴンガス 200 sccm を流した後、成長温度 875~1000°C で原料エタノールを 1~10 sccm で供給できるよう MFC で制御した。成長時間 (1~30 min) は、エタノール供給時間で制御した。成長後は自然冷却し約 60°C でサンプルを取り出した。基板は BaF₂ 単結晶基板 (面積 10x10 mm) (111) を劈開した清浄表面を使用した。リファレンスとして合成石英ガラス基板を用いた。成長したサンプルは光学顕微鏡、FE-SEM、AFM で表面状態を観察し、Raman 分光法 (532 nm) で構造を解析した。結晶構造を XRD で解析し、XPS で組成分析を行った。シート抵抗は四探針法で行った。

3. 結果と考察

エタノール供給量 10 sccm に固定し、成長温度を 875~1000°C まで 25°C 刻みで成長させたところ 950°C の場合が最もラマンスペクトルの I_D/I_G 比が小さくなった (Fig. 1)。合成石英基板上の直接成長サンプルを参考に示す。ドメインサイズは約 46.6nm と見積もられ、合成石英基板上のものより 4 倍程度改善していることが示唆された。2D バンドも明瞭に観察され、結晶性の改善も確認された。

Fig. 2 に成長前後の XPS スペクトルを示す。成長前は BaF₂ を構成する Ba と F のスペクトルが明瞭に観察されたが、成長後では F ピークの減少と共に O1s ピークが現れた。また、XRD の結晶構造解析から BaO (111) の形成が確認された。Fig. 3 にアルゴンスパッタに伴う XPS 組成の変化を示す。成長前の BaF₂ 基板表面の F 組成は 47% から成長後に 4% へ減少し、一方で O 組成は 7% から成長後 38% に増加した。成長後の最も多い元素組成は C の 41% だった。O が F を置換し BaO へ構造変化の過程を経て g-C が形成されることが示唆された。

4. 参考文献

[1] J. Hackley, *et al.*, Appl. Phys. Lett. 95 (2009) 133114. [2] S. K. Jemg *et al.*, Mater Res Bull 47 (2012) 2772. [3] A. Nakamura *et al.* Jpn. J. Appl. Phys. 51 (2012) 04DN03. [4] G Lippert *et al.* Carbon 52 (2013) 40. [5] 中垣貴充ら, 第 61 回応用物理学会春季講演会 19a-E2-7 (青山学院大) 2014.3.19.

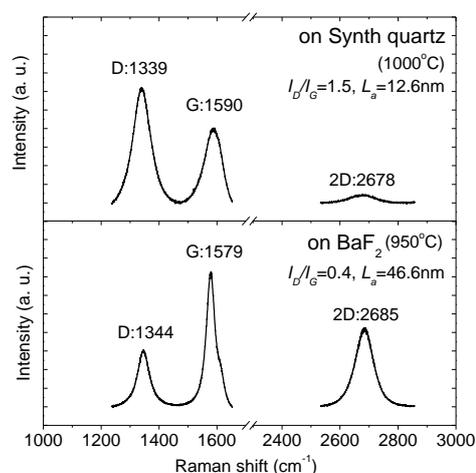


Fig.1. Raman spectra of g-C grown on BaF₂ at 950°C and on synthetic quartz at 1000°C for a comparison.

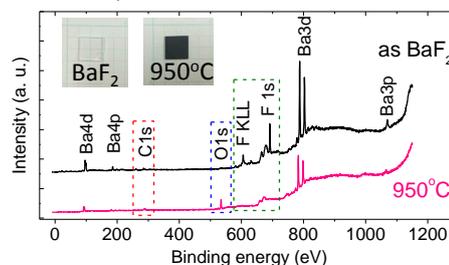


Fig.2. The XPS spectra of as received BaF₂ substrate and g-C grown on BaF₂ at 950°C. Inset are images of samples.

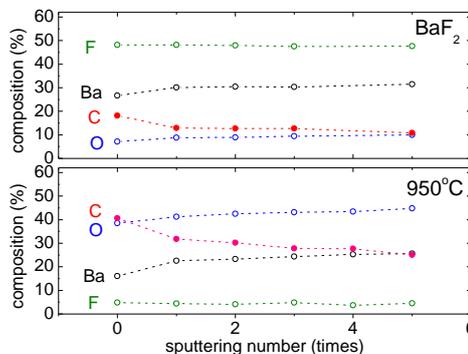


Fig.3. Composition ratio of BaF₂ substrate and g-C grown on BaF₂ at 950°C, The Ar sputtering was repeated 5 times of 120 sec.