

ガスソース CVD 成長における WS₂ 原子層の結晶粒径均一化現象

Grain-Size Alignment of CVD-Grown WS₂ Atomic Layers from Gaseous Precursors

産総研¹, °岡田 光博¹, 岡田 直也¹, 張 文馨¹, 清水 哲夫¹, 久保 利隆¹, 入沢 寿史¹

AIST¹, °Mitsuhiro Okada¹, Naoya Okada¹, Wen-Hsin Chang¹, Tetsuo Shimizu¹, Toshitaka Kubo¹,

Toshifumi Irisawa¹

E-mail: mi.okada@aist.go.jp

次世代半導体として近年注目を集めている MoS₂ や WS₂ をはじめとした原子層遷移金属ダイカルコゲナイド成長における成長速度・結晶粒径の制御は、成長メカニズムの解明という基礎的な理解のためだけでなく、均一な試料を安定して得るために重要な技術である。本研究では、これらの制御技術に繋がる現象として、WS₂ のガスソース CVD 成長における結晶粒径の均一化を観測したので報告する。

試料は、原料に気体原料である硫化水素(H₂S)並びにフッ化タングステン(WF₆)を用い、塩化ナトリウムをアシスト材として表面酸化した Si 基板上に合成した。図 1, 2 に、合成後の WS₂ の光学顕微鏡像及び得られた結晶の粒径分布(三角形の一边の長さ分布)を示す。図から明らかなように、得られた WS₂ は非常に狭い粒径分布を持ち、その標準偏差は 0.1 μm であった。この狭い粒径分布は結晶密度の多寡によらず、密度が低い領域でも同様に得られた。これは核形成が極めて短時間で起きているだけでなく、結晶成長速度が一定であることを示唆しており、安定な原料供給が可能なガスソース CVD の利点によるものと考えている。

一方、WS₂ 結晶の原子間力顕微鏡像と高さプロファイル (図 3) から確認されるように、得られた結晶は厚さ 0.9 nm 程度と単層であるが、そのエッジは高さ数 nm 程度の粒子で覆われていることが分かった。この粒子は常温で基板上に存在し、水溶性であるため、反応残渣ないし未反応の NaCl であると考えられる。これらが結晶成長とともにエッジに堆積していくことで WS₂ の大粒径化を阻害している可能性があり、成長時間延長による約 10 μm 以上の大粒径化は確認できていない。現在、このエッジ周辺粒子の堆積を抑制しつつ、均一かつより大粒径な WS₂ 結晶の成長条件を検討中である。

[謝辞] 本研究は、JST CREST (Grant No. JPMJCR16F3) の助成を受けて実施された。

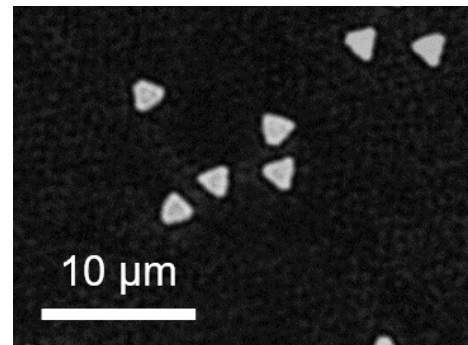


図 1. 合成された WS₂ の光学顕微鏡像。

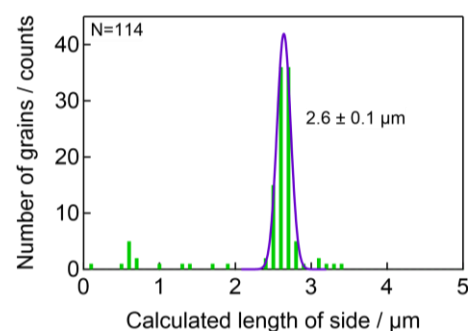


図 2. WS₂ 結晶の粒径分布。

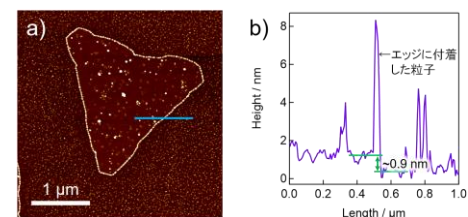


図 3. a): 合成された WS₂ の AFM 像; b): 図 2 a) 中 青線に沿った高さプロファイル。