

# プラズマ酸化とウェットエッチングにより改質した SiC 表面上へのグラフェンの形成と評価

## Formation and Characterization of Graphene on SiC

### Modified by Plasma Oxidation and Wet Etching

阪大院工 <sup>○</sup>越智 諒, 南 映希, 佐野 泰久, 川合 健太郎, 山村 和也, 有馬 健太

Osaka Univ., <sup>○</sup>Makoto Ochi, Ouki Minami, Yasuhisa Sano,

Kentaro Kawai, Kazuya Yamamura, and Kenta Arima

E-mail: ochi@pm.prec.eng.osaka-u.ac.jp

SiC 基板を用い、真空中で熱分解法により形成するグラフェンには、ピットと呼ばれる欠陥が生成される。我々は、室温でのプラズマ酸化とウェットエッチングを併用し、SiC 表面を改質するプロセスの開発を進めている。本プロセスは、分子層オーダーの C 堆積層を SiC 表面上に形成できるという特徴がある<sup>2)</sup>。以降、この C 堆積層を形成する手法をプラズマ酸化援用プロセスと呼び、形成したグラフェンをプラズマ酸化援用グラフェンと呼ぶ。本稿では、プラズマ酸化援用グラフェンの構造の評価と、Ni 薄膜<sup>3)</sup>を用いた SiC 表面からの剥離実験の結果について、報告する。

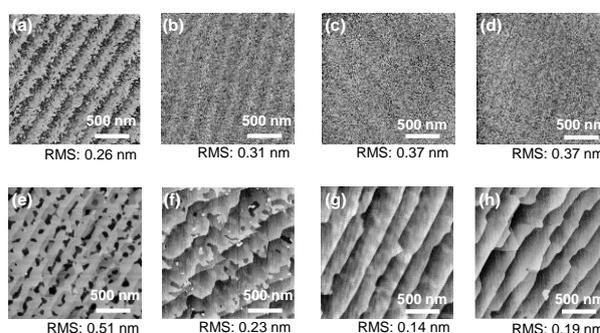
試料には、n 型 4H-SiC(0001) ( $\rho: 0.018 \Omega\text{cm}$ ) を用いた。これを短冊型に切り出し、ウェット洗浄を施した後、チャンパー内に導入し、室温で He ガスをベースとし、O<sub>2</sub> ガスを含むプラズマを照射した。このプラズマ照射後には、SiC 表面に nm オーダーの SiO<sub>2</sub> 膜が形成される。更に、HF エッチングにより SiC 上の SiO<sub>2</sub> 膜を除去し、C 堆積層を形成した。この際、プラズマ酸化時間と、酸化膜厚及び C 堆積層膜厚の間には、比例関係があることを X 線光電子分光測定により確認している。次に、この SiC 改質表面を別チャンパー内に移し、超高真空中 ( $2.0 \times 10^{-8}$  Pa) での通電加熱 (1100°C、30 分) によりグラフェンを形成した。

図 1(a)はウェット洗浄を施しただけの SiC 表面 (以降、未処理 SiC 表面)、図 1(b)-(d)はプラズマ照射時間の異なる SiC 改質表面の原子間力顕微鏡 (AFM) 像である。改質前 (図 1(a)) に見えたステップ構造が、酸化時間に依存して厚膜化する C 堆積層の形成により、不鮮明になることを確認した。更にこれらの試料をグラフェン化したところ、未処理 SiC 表面上に形成したグラフェン (図 1(e)) とは異なり、図 1(f)-(h)では、ピット状の欠陥が抑制された表面構造を得た。これは、SiC 改質表面上に形成された C 堆積層が、緩衝層の均一な形成を促し、SiC テラス部からの Si 原子の不均一な脱離を抑制したためであると予想している。

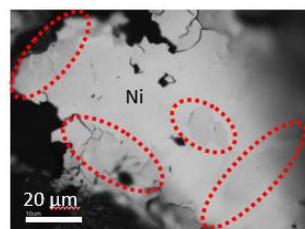
次に我々は、得られたグラフェンの電気特性を測定するため、グラフェンの剥離プロセスの立ち上げを進めている。本手法では、SiC 表面上のグラフェンに、Ni 薄膜(30 nm)を電子ビーム蒸着し、さらにその上に別の Ni 薄膜(500 nm)をスパッタにより成膜した。この二層 Ni 膜上に熱剥離テープを貼りつけ、SiC 表面からの

グラフェンの剥離を試みた。

図 2 は SiC 上から剥離した Ni 膜表面の光学顕微鏡像である。図中の点線で囲まれた範囲に薄い影のような膜が見られた。ラマンスペクトルより、この膜は SiC 上から剥離されたグラフェンであると分かった。



**Fig. 1.** AFM images of SiC surfaces. (a) Initial surface. (b)-(d) Modified surfaces after He-based plasma treatment for 1 min, 5 min, and 10 min, respectively. (e)-(h) are the surfaces after the heat treatment of the samples in (a)-(d), respectively.



**Fig. 2.** Optical image of the Ni surface after our transfer process. Dotted circles indicate thin shaded films, or transferred graphene.

#### 謝辞

本成果は、公益財団法人大倉和親記念財団および文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム (大阪大学ナノテクノロジー設備共用拠点) (F-20-OS-0025, S-20-OS-0020)の支援を受けて実施されました。

#### 参考文献

- 1) J.B. Hannon et al., Phys. Rev. B, 77 (2008) 241404.
- 2) O. Minami et al., J. Appl. Phys., 126 (2019) 065301.
- 3) J. Kim et al., Science, 342, (2013) 833.