

第 69 回応用物理学会春季学術講演会に参加して

小倉 匡樹
Masaki OGURA

電子情報学専攻修士課程 2021 年度修了

1. はじめに

私は 2022 年 3 月 22 日から 26 日にかけて開催された第 69 回応用物理学会春季学術講演会に参加し、「スパッタ成膜 MoO_3 を用いた面对面供給による MoS_2 の CVD 合成」という題目でポスター発表を行った。

2. 背景

層状物質である二硫化モリブデン (MoS_2) は面積対体積比が非常に高いため、測定対象への敏感な反応が必要なセンサデバイスとしての応用が期待される。 MoS_2 の合成方法の一つである化学気相成長法 (CVD) を行う際の条件として、モリブデン供給源と MoS_2 を成膜するシリコン基板 (ブランク基板) の距離が重要である。本研究では、 Mo 酸化物薄膜付基板とブランクシリコン基板を張り合わせた面对面配置の構造で化学気相成長 (CVD) を行うことによって、安定した条件での MoS_2 の成膜を試みた。さらに、 MoS_2 の前駆体である Mo 酸化物薄膜の堆積方法として、平滑な面を得ることのできるスパッタ成膜法を利用しつつ、ドロップキャスト法による堆積と比較を行った。

3. 実験方法

MoO_3 の供給元となる基板は以下の 2 種類の方法で作製する。スパッタリング法では、1 cm 角の酸化膜付きシリコン基板に対して RF スパッタリングにより MoO_3 を 22 W, 4 Pa の条件で 2 h 堆積を行う。これにより MoO_3 は 8 nm 堆積される。比較として、ドロップキャスト法による MoO_3 の堆積を行う。純水 2 mL に MoO_3 粉末 12 mg を入れ超音波処

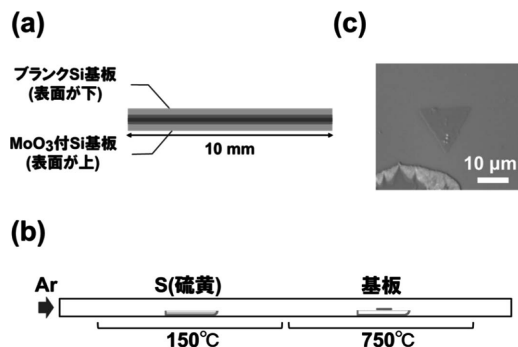


図 1 基板と管状炉の模式図

- (a) 基板の配置
- (b) 管状炉の模式図
- (c) 作製した MoS_2 の光学顕微鏡像

理を 1 h 行うことで分散させる。シャーレに、1/400 に希釈した溶液を入れシリコン基板を浸漬後、 70°C 6 h の加熱により溶媒を蒸発することでシリコン基板上に 0.01 mg の MoO_3 を堆積する。次に、 MoS_2 の CVD 合成を行う。ムライトの燃焼ボート上に、 MoO_3 供給元基板を配置する。この基板に対して、鏡面を下にした酸化膜付きシリコン基板 (ブランクシリコン基板) を配置する (図 1 (a))。この実験では 6 つの加熱ゾーンを持つ管状炉を使用する。上流側から 2 つめの加熱ゾーンへ硫黄 3 g を含む燃焼ボートを配置、5 つ目の加熱ゾーンへ前述の基板を重ねた燃焼ボートを配置し、Ar ガス雰囲気において上流側の加熱ゾーン 1-3 を 150°C 、下流側の加熱ゾーン 4-6 を 750°C に加熱する (図 1 (b))。Ar の流量は 48 sccm、管状炉の昇温は $20^\circ\text{C}/\text{min}$ で行い加熱後は自然冷却を行う。その後、鏡面を下にして配置されたシリコン基板に対して光学顕微鏡および SEM による観察と AFM 測定および PL 測定を行った。

4. 実験結果および考察

作製した基板の光学顕微鏡像を図 1 (c) に示す。ブランクシリコン基板上に MoS_2 の特徴である三角形の結晶が確認された。粒径は約 $10 \mu\text{m}$ であった。 MoS_2 は 1 cm 角のシリコン基板の中央に比べて端において多数確認された。これは、基板の面对面

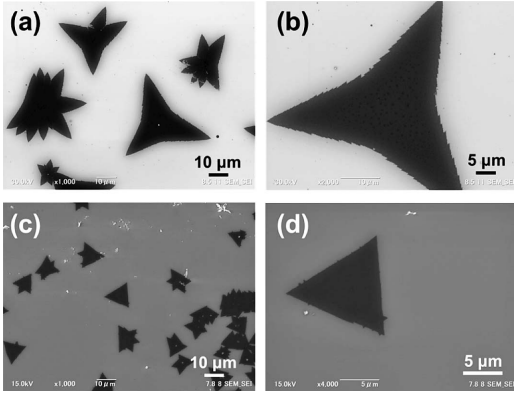


図2 MoS₂のSEM像

(a, b) ドロップキャスト法による MoO₃ 薄膜
(c, d) スパッタ法による MoO₃ 成膜

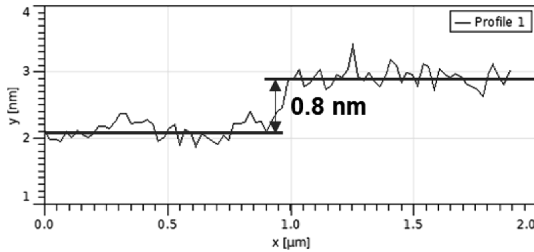


図3 合成された MoS₂の断面プロファイル

配置により基盤中央への硫黄の供給量が制限されているためと考えられる。SEM 像を図2に示す。スパッタ法により作製した MoS₂を図2 (c, d)に、また比較としてドロップキャスト法により作製した MoS₂を図2 (a, b)に示す。それぞれ結晶径は約 10 μm であるが、MoS₂ 結晶の形状が異なる。これは CVD 合成における硫黄と Mo 酸化物の蒸気圧比が異なることを示している。作製した MoS₂の AFM による断面プロファイルを図3に示す。MoS₂ 結晶

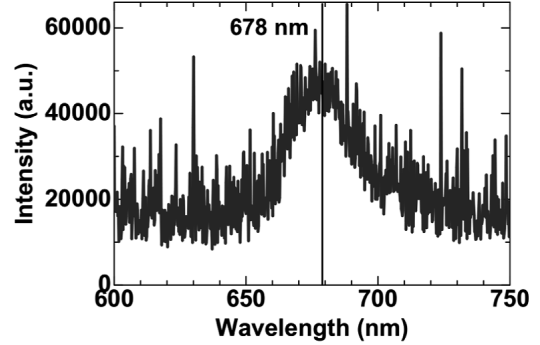


図4 合成された MoS₂の PL スペクトル

の高さは 0.8 nm であり、文献値は 0.65 nm であることから単層に相当することがわかる。さらに、作製した MoS₂の PL スペクトルを図4に示す。ピーク波長は 678 nm であり、このピーク波長は、単層 MoS₂のバンドギャップ 1.8 eV に相当する。また、単層の MoS₂のみが直接遷移型のバンドギャップを持ち発光することから、本条件による CVD 合成において単層 MoS₂が合成されたと考えられる。

5. まとめ

基板の面对面配置を利用した MoS₂の合成に成功した。結晶径はスパッタ法においてドロップキャスト法と同様の 10 μm を示した。また、スパッタ法において、単層の MoS₂の合成に成功した。

6. 謝辞

本研究を行うにあたり、ご指導頂いた山本伸一先生に心より感謝いたします。そして、日頃の研究においてご協力していただき、活発な議論をしていただいた研究室の皆様にご礼申し上げます。