

AFMを用いた単層グラフェンの電圧印加溝加工

中央大学 ○望月雄斗, 山下裕之, 出村和哉 ©井原 透

要旨

近年 MEMS 分野では微細化が進み、ナノスケールでの加工メカニズムの解明が不可欠である。マクロスケールでは通電加工により工具摩耗の減少がみられるとの報告があるので、本研究では原子間力顕微鏡(AFM)による単層グラフェンの微細溝加工中に電圧印加することで、電圧印加溝加工実験を行った。本報では、加工後の溝の形状変化を観察することで、電圧印加が加工メカニズムへ与える影響を調査した結果について報告する。

1. 緒言

グラフェンとは炭素の同素体の1種で、炭素原子が6角形構造に連なったシート状の物質である。単層グラフェンは非常に薄く、原子1個分約0.335nmの厚さを有する。また、グラフェンはヤング率1TPa以上、破壊強度130GPaと非常に高い機械特性を有している¹⁾。そのため、シリコンに代わる素材として高速トランジスタ等への応用が期待されている。ところが、機械的強度が高いため加工は困難である。マクロスケールでは通電加工によって工具摩耗の減少がみられるとの報告²⁾があるが、ナノスケールにおける通電加工の報告はあまりなされていない。そこで、本研究では電氣的加工を試みて原子間力顕微鏡(AFM)による単層グラフェンの微細溝加工中に電圧印加を行った。電圧印加が加工メカニズムに及ぼす影響を評価した結果を報告する。

2. 実験装置および方法、実験条件

2.1 実験装置

実験装置に島津製作所製の原子間力顕微鏡(AFM) WET-SPM-9600を使用する。AFMは一般的に探針を試料表面に接近させて走査することで、試料表面の観察を行う装置であるが、本実験では、大気中かつ室温の環境下で、探針を試料に押し付けながら走査させることで溝加工を施す。本研究では、このAFMを単層グラフェンの微細溝加工と観察に用いる。溝加工のモデルを図1に、観察のモデルを図2に示す。また、探針には東陽テクニカ製の強度が高いダイヤモンドコート(DC)プローブを用いる。図3にプローブ先端のダイヤモンド粒のコーティングイメージを示す。試料にはグラフェンプラットフォーム製のSi/SiO₂基盤上に形成された単層グラフェンを用いる。これはケイ素基盤上でグラフェンを化学的気相成長(CVD)法により1層生成したのち、SiO₂基盤上に転写したものである。

2.2 実験方法

DCプローブを用いて単層グラフェンに微細溝加工を行う。単層グラフェンの溝加工中に、試料表面とプローブに電極を設置し、電位差を生じさせる。

まず電圧の大小による溝の変化を見るために、電圧印加実験を行った。電圧変化実験は垂直荷重1200nNをかけ、プローブに対する試料の電圧を-2.0Vから2.0Vまで0.5Vおきに変化させて実験を行う。電圧変化実験の加工条件を表1に示す。

次に垂直荷重を変化させたときに、溝の変化に同様の傾向が得られるかを調べるために、垂直荷重変化実験を行った。垂直荷重変化実験は1000nN、1200nN、1500nNの3つの垂直荷重で電圧印加実験を行う。垂直荷重変化実験の加工条件を表2に示す。

加工後の溝観察においては、プローブ先端が試料に接近する時に振幅が一定になるように動作させ、試料の高さ方向の変位を取得し画像化するダイナミックモードを用いた³⁾。実験に用いた観察条件を表3に示す。

加工溝の評価は1本の溝から溝長さ方向に10点計測した平均値をとって比較した。また、加工溝の評価に加工後の溝深さと溝幅、さらに溝幅に形成される盛り上がり高さの値を用いる。加工溝の評価方法を図4に示す。溝深さは盛り上がり部を除いた部分の高さ平均と溝最深部までの距離とする。溝幅は盛り上がり部を除く部分の高さ平均の直線と溝が描く曲線との交点と取り、2交点間の距離とする。また、盛り上がり部を除く部分の高さ平均の直線と盛り上がり部の高さの最高点までの距離を盛り上がり高さとする。

Table1 Groove machining by voltage change on vector scan

Machining distance	4μm
Machining speed	2μm
Machining load	1200nN
Applied voltage	0V, ±0.5V, ±1.0V, ±1.5V, ±2.0V

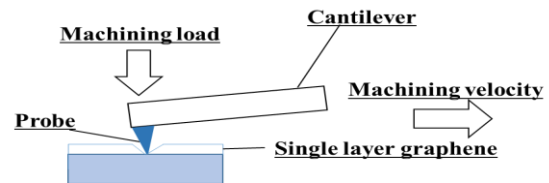


Fig.1 Schematic of machining groove

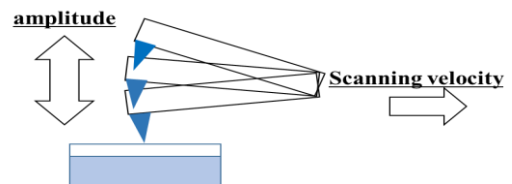


Fig.2 Schematic of scanning groove

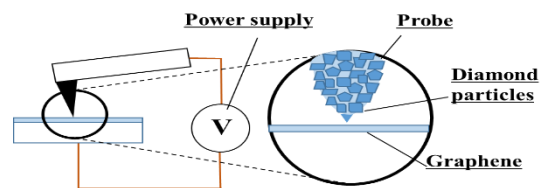


Fig.3 Schematic of voltage application

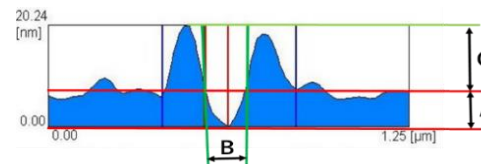


Fig.4 Definition of groove evaluation

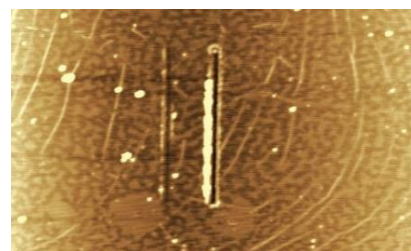


Fig.5 Machined groove image

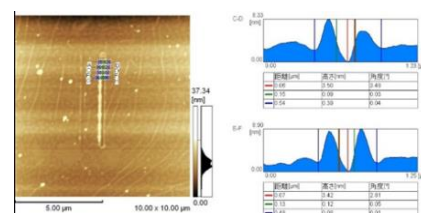


Fig.6 Groove analysis image

Table2 Groove machining by machining load change on vector scan

Machining distance	4 μ m
Machining speed	2 μ m
Machining load	1000nN,1200nN,1500nN
Applied voltage	0V,-0.5V,-1.0V,-1.5V,-2.0V

Table3 Conditions on dynamic mode

Scanning range	10*10 μ m* μ m
Scanning speed	10 μ m/s
Scanning load	200nN
Number of pixels	512*512

3. 実験結果

表の全ての条件において加工痕が観察された。図5に加工溝画像、図6に解析画像の一部を示す。また、図7には、-2.0Vから2.0Vまで電圧値を変化させた場合の溝深さ、図8には溝幅、図9には盛り上がり高さの変化の様子を示す。

図7の溝深さにおいては、電圧値が-2.0Vから1.0Vまでの間では多くても1nmの変化であったが、電圧値を大きくした1.5Vから2.0Vにかけては溝深さが4nmも深くなった。電圧が低い-2.0Vから1.0Vまでの間は溝深さが4nm以下なので、除去された炭素量は少ないと考えられるが、それ以上の電圧では炭素量が増し、2.0V印加の場合には炭素量が2倍程度増えた。

図8に示す溝幅においては、電圧値を低くした際に溝幅が広くなり、除去される炭素量が多くなるようであったが、-1.0Vのときに0.4 μ mで最大となり、この時に除去される炭素量が最も多くなった。ところが、除去された炭素量と相関があると思われる盛り上がり高さは、図9に示すように、電圧値が大きくなるほど増加し、2.0Vのときに18nmで最大となったが、電圧値が小さい場合には-1.0V近辺でも5nm以下の変化しかなく、目立った大きな変化は見られなかった。

電圧が0V以下の場合に関して、垂直荷重を変化させたときに、溝の変化に同様の傾向が得られるかを調べるために垂直荷重変化実験を行った。図10には溝幅、図11には盛り上がり高さの比較の様子を示す。

図10においてはいずれの電圧でも-1.0Vの電圧印加の際に溝幅が最大となった。したがって、除去される炭素量と相関があると思われる盛り上がり高さも、-1.0Vで最大になると思われたが、図11に見られるように、盛り上がり高さはいずれの電圧でも大きな変化は見られず、特に垂直荷重1000nN,1500nNの場合にはかえって盛り上がり高さは3nmまで減少していた。

4. 理論に基づく考察

図3に示すプローブ先端にコーティングされた複数粒子の突起部と試料とが作る空間電界によって、大気中の種イオンが加速される。もし、酸素や窒素イオンが引き付けられると、試料表面に除去された炭素原子と結合することが考えられる。仮に、窒素イオンが炭素原子と結合し、窒化炭素が形成されて盛り上がり部に積層されると仮定すると、図9において試料が+の場合に種イオンが引き付けられるが、-の場合には逆に退けられるので盛り上がり部が積層されないと考えられる。

5. 結論

本研究では、AFMによる単層グラフェンの微細溝加工中に電圧印加することで、電圧印加が加工メカニズムへ与える影響を調査することを目的とした。電圧変化と垂直荷重変化の電圧印加実験を行い溝評価した結果、以下の結論が得られた。

(1)図7,図8,図10において、溝深さは1.5Vから2.0Vに電圧を上げると急増するが、溝幅は電圧を下げると広くなり、-1.0Vでピークとなる。電圧印加による溝深さと溝幅は、炭素量の変化が逆の傾向になると思われる。

(2)図9,図11において、除去される炭素が溝横に積層して盛り上がるが、その盛り上がり高さは大気イオンの影響を受けると推測される。

(3)イオンが退けられる電氣的加工を行うことで溝の荒れを低減でき、溝加工の高精度化に繋がるのではないかとと思われる。

参考文献

- (1) Changgu Lee, Xiaoding Wei, Jeffrey W. Kysar and James Hone: Measurement of the elastic properties and intrinsic strength of monolayer graphene, Science, 321, (2008) 385-388
- (2) 本田素郎「通電切削による難削材の超精密切削加工」大阪府立産業技術総合研究所(2007).
- (3) 島津製作所, SPM-9600 シリーズ観察ガイド, pp53~86(2009)

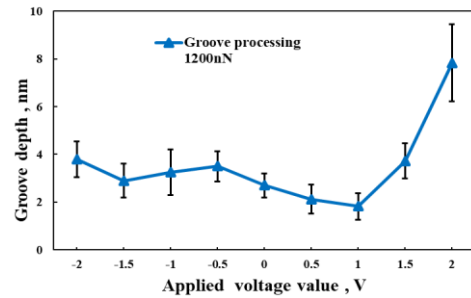


Fig.7 Relationship between groove depth and voltage change

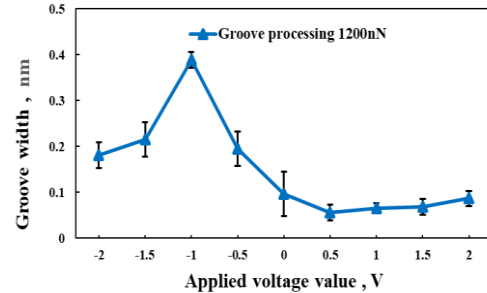


Fig.8 Relationship between groove width and voltage change

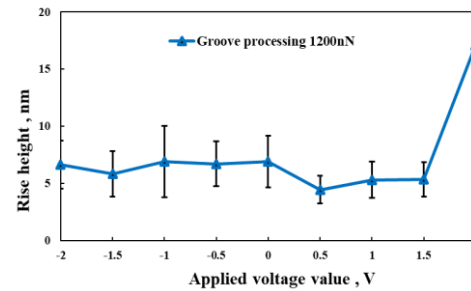


Fig.9 Relationship between rise height and voltage change

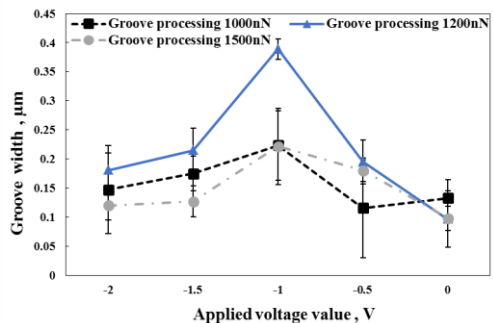


Fig.10 Comparison of groove width and machining load change

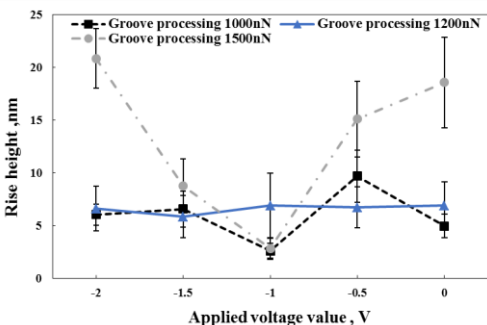


Fig.11 Comparison of rise height and machining load change