

課題番号 : 2015A-E14  
利用課題名 (日本語) : 放射光X線表面回折法によるSiC上グラフェンの表面及び界面構造の解明  
Program Title (English) : Surface and interface structures of graphene on SiC studied by synchrotron radiation x-ray surface diffraction  
利用者名 (日本語) : 吉田雅洋<sup>1)</sup>, 河邊文哉<sup>1)</sup>, 久津間保徳<sup>1)</sup>, 堂島大地<sup>1)</sup>, 大和田謙二<sup>2)</sup>, 水木純一郎<sup>1)</sup>  
Username (English) : M. Yoshida<sup>1)</sup>, F. Kawabe<sup>1)</sup>, Y. Kutsuma<sup>1)</sup>, D. Dohjima<sup>1)</sup>, K. Ohwada<sup>2)</sup>, J. Mizuki<sup>1)</sup>  
所属名 (日本語) : 1) 関西学院大学理工学研究科, 2) 日本原子力研究開発機構  
Affiliation (English) : 1) School of Science and Technology, Kwansei Gakuin University 2) JAEA  
キーワード :

## 1. 概要 (Summary)

グラフェンは、高い移動度( $\sim 200,000 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ )を持つため、次世代デバイス材料への応用が期待されている。数多くのグラフェン作製法が世界中で研究開発されているが、その中でも高品質で大面積なものが作製できる手法として、単結晶SiCの熱分解現象を用いたエピタキシャルグラフェン成長法(SiC熱分解法)が注目されている。この手法で作製されるグラフェンの高品質化において、成長温度・周辺雰囲気・圧力は重要なパラメータである。デバイス应用到に資するグラフェン作製に向けて、これらのパラメータの最適条件を見いださなければならない。そのためには、各パラメータを制御しながら、原子レベルでその場観察し、成長過程を明らかにすることが必要である。

## 2. 実験 (目的,方法) (Experimental)

本研究の目的は、SiC熱分解法による超高温グラフェン成長過程における表面/界面構造を明らかにすることである。前回(2014年11月)、初めてSiC上グラフェンに対するGIXD実験を行ったが、SiCからの反射は極めて強く観測できることがわかった。また製作した小型加熱炉を用いて高温環境でのGIXD実験が可能であることを示した。一方で、多数の不明瞭なピークや高温でのみ発現したadditionalなピークの起源は問題として残っている。今回の実験では、前回観測していなかったグラフェン由来のピークの観測を試みた。またbuffer層由来の超格子反射の観測もあわせて試みた。また、基板であるSiCの格子定数の温度依存性を詳細に測定した。

試料は、事前に熱処理を施した4H-SiCと、1-3原子層グラフェンが成膜した4H-SiCを用いた。実験は図1のような光学系を利用し、表面X線回折実験を行った。測定は、室温大気開放状態及び、Ar分圧750 Paで室温 $\sim$ 1700°Cの加熱環境で行い、入射X線のエネルギー

は20 keVを用いた。

## 3. 結果と考察 (Results and Discussion)

得られた結果は、以下の通りである。まずグラフェン由来の回折ピークの観測に成功し、基板SiCとのエピタキシャル成長の関係通りの角度に出現することがわかった。また、両者の回折ピークの斜入射角依存性から、4H-SiCとグラフェンの臨界角を実験的に求めることができた。4H-SiCにおける11-20反射の温度依存性を測定したところ、明瞭な変化が観測された。図2に11-20反射の $2\theta$ - $\omega$ スキンの温度依存性の結果を示す。高温になるにつれて、ピークが低角側へシフトしていることが分かる。これは4H-SiCの熱膨張によるものだと考えられる。これらのピーク位置から算出した格子定数の温度に対する傾きが熱膨張係数となり、その値は $3.95 \times 10^{-6} \text{ cm}/^\circ\text{C}$ となる。1700°C付近の高温域まで含めた熱膨張係数の見積もりは、他に例がないが、算出した値は、これまで報告されている値とほぼ一致した。また、11-20反射のピーク形状は高温環境でショルダーが観測された。このショルダーは室温に戻した後も存在していることから、4H-SiC表面あるいは炭化層/SiC界面構造の変化を反映していると考えられる。しかし、現状その素性は明らかにできず、今後の課題である。

## 4. その他・特記事項 (Others)

なし

(side view)

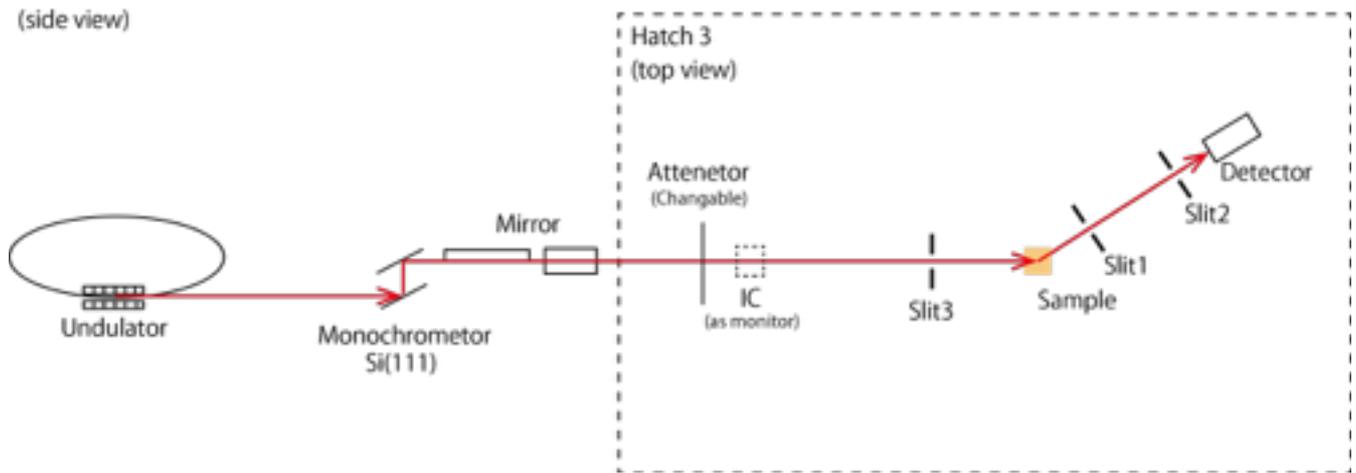


図1 光学系概略図

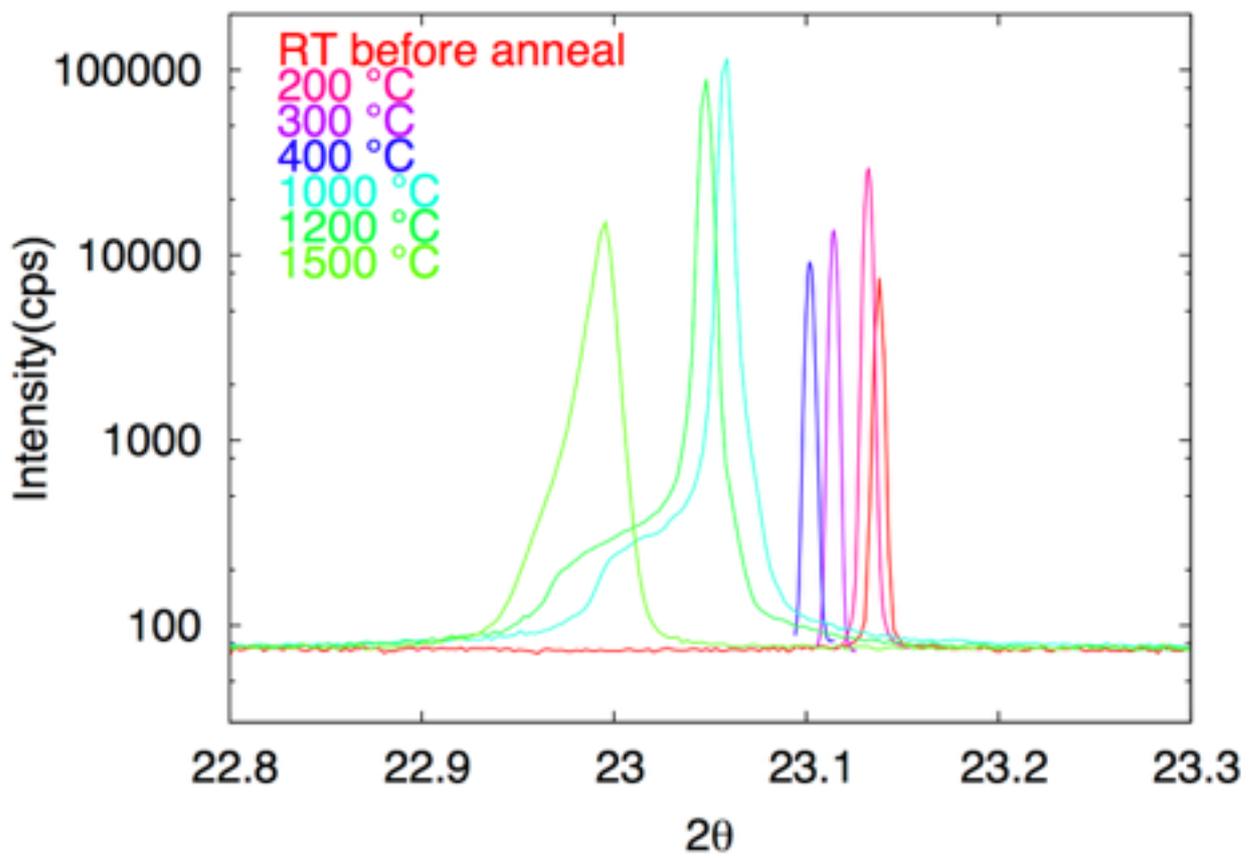


図2 4H-SiC 11-20反射の $2\theta$ - $\omega$ スキヤンの温度依存性