

Oral presentation | 17 Nanocarbon and Two-Dimensional Materials : 17.3 Layered materials

📅 Mon. Mar 17, 2025 9:30 AM - 11:45 AM JST | Mon. Mar 17, 2025 12:30 AM - 2:45 AM UTC 🏢 K102
(Lecture Hall Bldg.)

[17a-K102-1~8] 17.3 Layered materials

Ryouta Negishi(Toyo Univ.)

PR

ソニーセミコンダクタソリューションズ株式会社

◆ Presentation by Applicant for JSAP Young Scientists Presentation Award

9:30 AM - 9:45 AM JST | 12:30 AM - 12:45 AM UTC

[17a-K102-1]

Development of an autonomous 2D semiconductors production system driven by Bayesian optimization

○Wataru Idehara¹, Fan Yang¹, Keisuke Shinokita¹, Kazunari Matsuda¹ (1.Kyoto Univ.)

9:45 AM - 10:00 AM JST | 12:45 AM - 1:00 AM UTC

[17a-K102-2]

Growth of MoS₂ Nanosheets on Suspended Twisted Bilayer Graphene

Shun Tonegawa¹, Abdul Kuddus², OShinichiro Mouri¹ (1.Ritsumeikan Univ., 2.R-GIRO)

◆ Presentation by Applicant for JSAP Young Scientists Presentation Award

10:00 AM - 10:15 AM JST | 1:00 AM - 1:15 AM UTC

[17a-K102-3]

In-situ observation of precursor droplet dynamics and crystal growth through vapor-liquid-solid growth of monolayer WS₂ in substrate-stacked microreactor

○Yutaro Senda¹, Yasuhiko Hayashi¹, Hiroo Suzuki¹ (1.Okayama Univ.)

◆ Presentation by Applicant for JSAP Young Scientists Presentation Award

10:15 AM - 10:30 AM JST | 1:15 AM - 1:30 AM UTC

[17a-K102-4]

Control of Composition and Film Quality by H₂S Annealing for Zr_xHf_{1-x}S₂ Alloy Films Prepared by Co-Sputtering with Powder HfS₂ Target

○Taichi Ishikawa¹, Koki Hori^{1,2}, Naoya Okada², Atsushi Ogura^{1,3} (1.Meiji Univ., 2.AIST, 3.MREL)

◆ Presentation by Applicant for JSAP Young Scientists Presentation Award

10:45 AM - 11:00 AM JST | 1:45 AM - 2:00 AM UTC

[17a-K102-5]

Low-temperature synthesis of highly crystalline h-BN nanocrystals

○(M1)Hayate Hirao¹, Hiroyo Segawa², Chen Jun², Ryosuke Matsubara¹, Takashi Uchino¹ (1.Kobe Univ., 2.NIMs)

◆ Presentation by Applicant for JSAP Young Scientists Presentation Award

11:00 AM - 11:15 AM JST | 2:00 AM - 2:15 AM UTC

[17a-K102-6]

Low-temperature catalytic graphitization of hard carbon with Mg

○(M1)Kotaro Taki¹, Takashi Uchino¹ (1.Kobe Univ.)

11:15 AM - 11:30 AM JST | 2:15 AM - 2:30 AM UTC

[17a-K102-7]

Deposition of a single layer MoS₂ on a graphene ultrathin gate structure by using the transfer method

Hideaki Sugino¹, Fuminori Sasaki¹, Hirai Tanaka¹, Toshifumi Irisawa², Takeo Matsuki³, Takuya Ozaki⁴, Daisuke Ohori⁴, Kazuhiko Endo⁴, Issei Watanabe⁵, OHirokazu Fukidome¹ (1.RIEC, Tohoku Univ., 2.AIST, 3.Univ. of Tsukuba, 4.IFS, Tohoku Univ., 5.NICT)

11:30 AM - 11:45 AM JST | 2:30 AM - 2:45 AM UTC

[17a-K102-8]

Growth of sulfur-doped bismuth selenide crystals and evaluation of their electronic structure

OHiroki Waizumi^{1,2}, Souma Takefuta¹, Hiroto Inui¹, Seiya Yokokura^{1,2}, Toshihiro Shimada^{1,2} (1.CSE. Hokkaido Univ., 2.Eng. Hokkaido Univ.)

ベイズ最適化による二次元半導体の自動作製システムの構築

Development of an autonomous 2D semiconductors production system driven by Bayesian optimization

京大エネ研、[○]出原 渉, Yang Fan, 篠北 啓介, 松田 一成

Kyoto Univ., [○]Wataru Idehara, Yang Fan, Keisuke Shinokita, Kazunari Matsuda

E-mail: idehara.wataru.78p@st.kyoto-u.ac.jp

近年、機械学習を始めとする人工知能 (AI) 技術の革新的進展は、基礎物理学研究に新たなパラダイムをもたらしている。特に、深層学習や大規模言語モデルといった AI 技術の導入は二次元半導体材料とその人工ファンデルワールス (vdW) ヘテロ構造の研究領域においても革新的な成果をあげている[1]。人工 vdW ヘテロ構造の作製において、バルク単結晶と剥離テープを用いた機械剥離法による高品質かつ $100 \mu\text{m}^2$ を超える大面積の二次元半導体単層の効率的な作製は、本研究分野における重要な技術的課題の一つである。しかし、機械剥離法は多数の微視的パラメータが介在する複雑なプロセスであり、研究者の経験に強く依存している。特に、大面積単層の作製における再現性と最適な実験条件の確立は、本質的な課題として広く認識されている[2]。

そこで本研究では、二次元半導体単層の作製から検出までを一貫して行う自律的なロボットシステムを構築した[3]。さらに、本システムにベイズ最適化アルゴリズムを実装し、実験パラメータを逐次更新することで、高品質かつ大面積な単層 WSe_2 の最適な実験パラメータを全実験条件の 2.5% にあたる実験回数で探索することができた。図 1(a) は作製された WSe_2 単層の個数と面積に関するヒストグラム、(b) はベイズ最適化

アルゴリズムにおける最大化指標 (LEAP) が実験回数ごとに更新する様子をそれぞれ示している。LEAP はいかに効率よく $100 \mu\text{m}^2$ を超える大面積の単層が作製さ

れるかを示す指標であり、最適化条件下では、 $10 \mu\text{m}^2$ 以上の単層について、40% という高確率で $100 \mu\text{m}^2$ 超の大面積単層 WSe_2 作製を達成した。本システムは Si/SiO₂ 基板上 ($9 \times 10 \text{ mm}$) での一連の工程を 30 分以内で完了し、大幅な省人化、効率化を実現した。さらに、実験データの系統的解析により、大面積単層 WSe_2 作製における支配的パラメータを解明した。

[1] R. Rampi *et al.*, *npj Comput. Mater.* **3**, 54 (2017)

[2] E. Gao *et al.*, *J. Mech. Phys. Solids.* **115**, 248 (2018)

[3] F. Yang, W. Idehara, *et al.*, arXiv. 2411.06891 (2024)

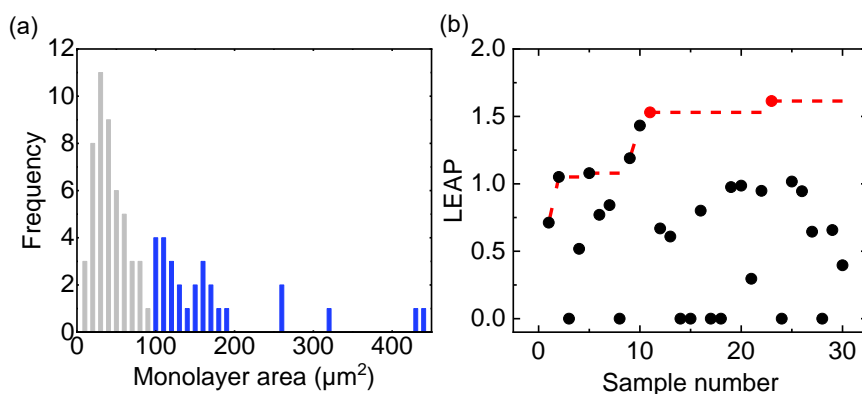


図1(a)単層個数と面積に関するヒストグラム。最適化条件において作製された単層のヒストグラムを表す。(b)実験回数毎の最大化指標の更新(赤点線)。

架橋ツイスト 2 層グラフェン上への MoS₂ ナノシート成長Growth of MoS₂ Nanosheets on Suspended Twisted Bilayer Graphene立命館大 理工¹, R-GIRO² 利根川 舜¹, クドウス アブドウル², ○毛利 真一郎¹Grad. School of Sci. and Eng¹, R-GIRO², Ritsumeikan University¹,Shun Tonegawa¹, Abdul Kuddus², ○Shinichiro Mouri¹

E-mail: iguchan@fc.ritsumei.ac.jp

原子層材料同士や原子層材料と固体バルク材料の相互集積は、原子層材料の実用化へ向けた大きな課題の一つと言える。ダングリングボンドを有さない原子層材料上での結晶成長は、ファンデルワールスエピタキシーと呼ばれ、格子整合の影響を受けにくい特徴を有する。グラフェン上での半導体結晶成長において、下地板のポテンシャルが遮蔽されず透過し、それが駆動力となり高配向な結晶成長が可能であるという報告¹があるが、計算結果をもとにした推論であり、実験的に透過能を直接示してはいない。

本研究では、架橋ツイスト 2 層グラフェン (TBG) を用意し、その上に CVD 法で単層 MoS₂ を成長させ、成長した結晶の配向性を調べることで、下層のグラフェンのポテンシャルが上層グラフェンで遮蔽されずに MoS₂ の成長に影響を及ぼすかを調べた。

まず、TEM グリッド (EM ジャパン製) 上に単層グラフェン (MG) と TBG (積層角度 14°) を用意し、その上に MoO₃ と硫黄を原料として CVD 法により MoS₂ を成長させた。成長温度は 750°C で、成長時間は 20 分である。図 1(a) (b) に、MG 上に MoS₂ を成長させた試料の TEM 像とその制限視野回折パターンを示す。

MG 上ではグラフェン格子にそろって配向した MoS₂ が成長する。これは、SiO₂/Si 基板上に担持された MG 上に MoS₂ を成長させた場合² と矛盾ない結果である。一方、図 1(c) (d) に、TBG 上に成長したグラフェンの TEM 像とその制限視野回折パターンを示す。TBG 上では、MoS₂ の配向方向が 2 方向あり、それらは、2 枚のグラフェンの配向方向と関連している。この結果は、下層のグラフェンのポテンシャルが上層のグラフェンで遮蔽されることなく、その上に成長する MoS₂ の配向に大きな影響を与えること明示しており、ファンデルワールスエピタキシーにおけるグラフェンのポテンシャル透過能を実験的に示したものである。

1. Y. Kim, Y., Cruz, S., Lee, K. *et al.*, *Nature* **544**, 340–343 (2017).

2. X. Liu *et al.*, *ACS Nano* **10**, 1067 (2016).

本研究は、科研費(#22H05471, #21H01017, #21K18913)、及び京都府中小企業技術センターの支援で実施した。

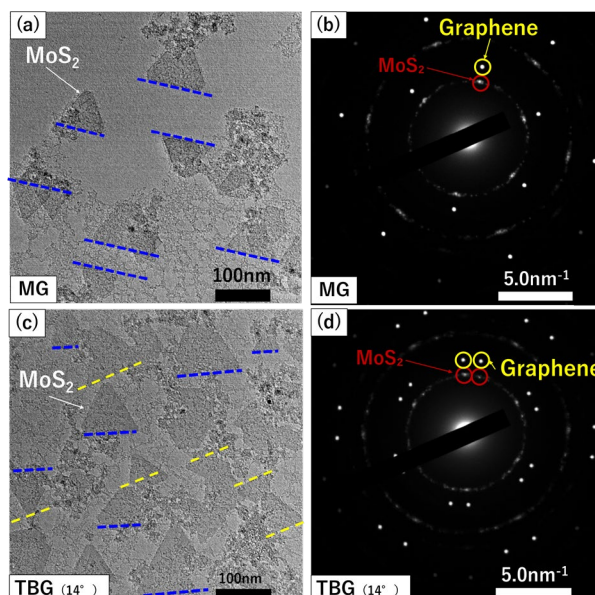


Fig.1 TEM images (a, c) and diffraction patterns (b, d) of MoS₂ grown on the monolayer and twisted bilayer graphene.

基板積層マイクロリアクタ内での単層 WS₂ 結晶の固相-液相-気相成長における前駆体液滴と結晶成長のその場観測

In-situ observation of precursor droplet dynamics and crystal growth through vapor-liquid-solid growth of monolayer WS₂ in substrate-stacked microreactor

岡大院環境生命自然, °千田 祐太郎, 林 靖彦, 鈴木 弘朗
Okayama Univ., yutaro Senda, Yasuhiko Hayashi, Hiroo Suzuki
E-mail: hiroo.suzuki@okayama-u.ac.jp

遷移金属ダイカルコゲナイト (TMDC) は高い機械的柔軟性と優れた光電子特性, 高いキャリア移動度を示すため, 次世代の半導体材料として注目を集める物質である. 集積回路, 光センサー, 発光ダイオードなどの電子デバイスへの応用に向けて, その結晶サイズ, 発光特性の制御が必要不可欠となっている. 先行研究では, 二枚の成長基板の積層により形成したマイクロリアクタと Vapor-Liquid-Solid (VLS) 成長を組み合わせることで, ミリメートルスケールの WS₂ 結晶の成長に成功した[1]. しかし, 結晶サイズや品質の歩留まりなどに課題があり, これらの解決のためには本手法における結晶成長メカニズムを知る必要がある. そこで本研究では, マイクロリアクタ内での結晶成長をその場観測することにより成長メカニズムの解明に取り組んだ.

Na₂WO₄水溶液をスピコートした Si/SiO₂基板の上に透明なサファイア基板を積層することで, 上部から観察可能なマイクロリアクタを形成した. これを赤外線加熱により高温下で有機硫黄と反応させ, マイクロリアクタ内部の様子を顕微鏡により直接観測した. 合成条件として Na₂WO₄ と S のバランスを調整することによって, その場観測から, 原料液滴の存在に基づく様々な成長形態を発見した. 硫黄リッチの条件ではリボン状の結晶成長(Fig. 1 (i)), W 原料リッチの条件では駆動する原料液滴を追従する結晶成長(Fig. 1 (ii))が観測された. また, 中間的な条件では, 液滴を伴わない状態での結晶成長と, エッジに液滴を伴う結晶成長が見られた(Fig. 1 (iii)). その場観測からこの二つの結晶成長について成長速度を比較した. 液滴が伴わずに成長した結晶は時間に対して成長速度が減少したのに対し(Fig. 2c), エッジに液滴を伴って成長した結晶は時間に対し一定の成長速度を示した(Fig. 2d). このことから, 液滴の有無が結晶成長速度と最終的な結晶サイズに重要な影響を与えると推測される. 発表では, 原料の元素分析や熱分析などの結果と合わせ, 原料液滴の動的ダイナミクスと結晶成長の関係性について議論する.

[1] H. Suzuki, *et al.*, *ACS Nano* **16**, 11360 (2022).

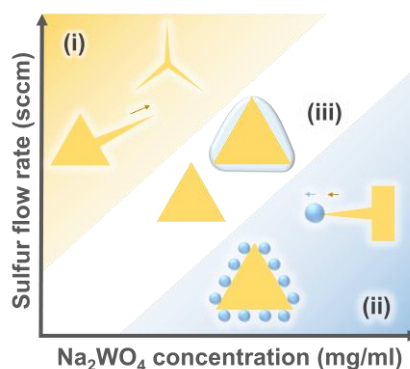


Fig. 1: Various growth regimes with different Na₂WO₄ and S balances.

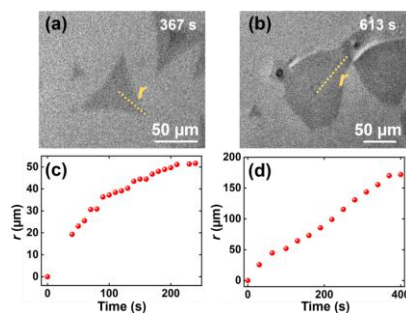


Fig. 2: (a,b) Micrographs of WS₂ growth (a) with and (b) without droplet, and (c,d) their crystal size at each growth time.

粉体 HfS_2 ターゲットを用いた共スパッタ法で作製した $\text{Zr}_x\text{Hf}_{1-x}\text{S}_2$ 混晶膜の H_2S アニールによる膜質と組成の制御

Control of Composition and Film Quality by H_2S Annealing for $\text{Zr}_x\text{Hf}_{1-x}\text{S}_2$ Alloy Films Prepared by Co-Sputtering with Powder HfS_2 Target

石川 太一¹、堀 幸妃^{1,2}、岡田 直也²、小椋 厚志^{1,3}

(1. 明大 理工、2. 産総研、3. 明大 MREL)

T. Ishikawa¹, K. Hori^{1,2}, N. Okada², and A. Ogura^{1,3}

(1. School of Sci. & Tech., Meiji Univ., 2. AIST, 3. MREL, Meiji Univ.)

E-mail: ce241047@meiji.ac.jp

背景: 遷移金属ダイカルコゲナイド(TMD)は、次世代チャネル材料への応用が期待されている二次元層状物質である。その中でも我々はこれまでに粉体ターゲットを用いた共スパッタ法による ZrHfS_2 混晶膜の作製を検討してきた[1]。しかし、乱層構造が確認されるなど混晶膜の膜質の改善および、組成の制御が課題となっている。本研究では、共スパッタの RF パワー比の制御と H_2S 雰囲気下でのアニールにより膜質の改善と組成比の制御を行ったことを報告する。

実験: 希釈 HF 処理により自然酸化膜を除去した(100)Si 基板上に RF マグネトロンスパッタリングにより $\text{Zr}_x\text{Hf}_{1-x}\text{S}_2$ 混晶膜を作製した。ターゲットには焼結 ZrS_2 と粉体 HfS_2 を用いた共スパッタで、成膜条件は RF パワー;80-120 W, 基板温度;300°C, チャンバー内 Ar 圧力;0.5 Pa, 成膜時間;1000 sec とした。成膜後、同一チャンバー内でパッシベーション膜として h-BN を同一基板温度、成膜時間;200 sec の条件の下、焼結ターゲットを用いたスパッタ法で堆積した。試料取り出し後 100 kPa の H_2S で満たされたアニール炉で 800°C, 40 min のアニール処理を行った。化学結合状態の評価には Al-K α 線(1486.6 eV)を励起 X 線源とした X 線光電子分光法(XPS)、膜質および組成比の評価には UV レーザ(励起波長:355 nm)を用いたラマン分光法を用いた。

結果: $\text{Zr}_x\text{Hf}_{1-x}\text{S}_2$ 混晶膜の Zr3d および、Hf4f 光電子スペクトルをそれぞれ Fig.1 に示す。 ZrS_2 と HfS_2 が混在していることがわかる。また、ピーク面積と相対感度係数より導出した組成はターゲットへの RF パワー比によって制御に成功した($x=0, 0.25, 0.5, 0.75, 1$)。組成によるラマンスペクトルの変化を Fig.2 に示す。340 cm^{-1} 付近に HfS_2 の A_{1g} モード由来、330 cm^{-1} 付近に ZrS_2 の A_{1g} モード由来、320 cm^{-1} 付近に A_{2u} モード由来のピーク[2]が確認され、乱層由来とみられる 350 cm^{-1} 近傍のピークは確認されなかった。Hf に対して Zr の組成比が大きくなるにつれ、 HfS_2 由来のピーク面積強度は減少し、 ZrS_2 由来のものは増加している。以上より、粉体 HfS_2 ターゲットを用いた共スパッタ法で作製した $\text{Zr}_x\text{Hf}_{1-x}\text{S}_2$ 混晶膜を H_2S 雰囲気下でアニール

することで膜質の改善とともに、共スパッタの RF パワー比により組成を制御できることを確認した。

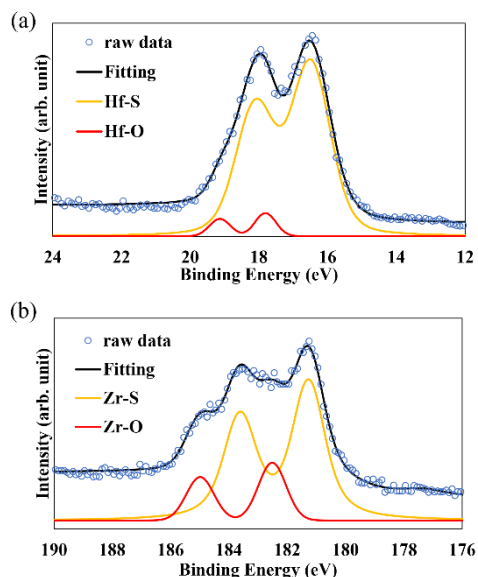


Fig. 1 XPS spectra of (a) Hf4f and (b) Zr4d for ZrHfS_2 after h-BN passivation and H_2S annealing.

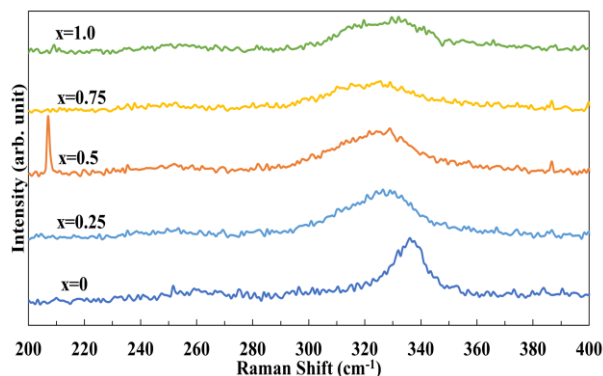


Fig. 2 Raman spectra of $\text{Zr}_x\text{Hf}_{1-x}\text{S}_2$ after H_2S annealing.

謝辞: 本研究の一部は、文部科学省次世代 X-nics 半導体創生拠点事業 JP011438 の助成を受けたものである。

参考文献:

- [1] 西 優貴人 他, 2023 年秋応物(19p-A202-15).
[2] M. Mattinen *et al.*, Chem. Mater. **31**, 5713 (2019).

高結晶性 h-BN ナノ結晶の低温合成

Low-temperature synthesis of highly crystalline h-BN nanocrystals

神戸大理¹, 物質材料・研究機構² ○(M1)平尾 颯¹,瀬川 浩代², 陳 君², 松原 亮介¹, 内野 隆司¹Kobe Univ.¹, NIMs², °Hayate Hirao¹,Hiroyo Segawa², Jun Chen², Ryosuke Matsubara¹, Takashi Uchino¹

E-mail: 242s219s@stu.kobe-u.ac.jp

【序論】六方晶窒化ホウ素(h-BN)ナノ結晶はその多孔性やエッジの特性から、吸着型水質浄化材[1]や水素化触媒[2]・脱水素化触媒[3]としての応用が期待されている。h-BN ナノ結晶は、高い結晶性を有していることが機能発現の観点からは望ましい。一般に、高い結晶性を有する h-BN は 1500°C 以上の高温焼成によって作製される。しかし、高温焼成は結晶成長を伴いバルク化するため、ナノ結晶を得るためには有効ではない。そこで本実験では、結晶性の良い h-BN ナノ結晶を 1000 °C 程度の低温で合成することを試みた。

【実験】文献[4]を参考に、ホウ素源としてホウ酸(H₃BO₃)、窒素源として尿素((NH₂)₂CO)を用い h-BN を作製した。様々なモル比 r ($r = \text{H}_3\text{BO}_3/(\text{NH}_2)_2\text{CO}$)の原料粉末を水中で混合・攪拌し、水を蒸発させることでそれぞれが均一に分散した混合物を得た。この混合物を N₂ ガス下で 1000°C まで 4 時間で昇温し、2 時間加熱した。得られた生成物を水で洗浄し、メンブレンフィルター(フィルター孔径 50 nm)でろ過して濾過物を得た。また、 $r = 2.0$ の試料については、前述の手順に加え、原料の混合粉末を 100°C ~ 300°C で予備加熱したのちに 1000°C の加熱を行った。作製した各試料について、インドリン脱水素化触媒活性を測定した。

【結果と考察】Fig. 1 に今回作製した試料と市販の h-BN 試料(高純度化学研究所、粒径 10 μm)の XRD パターンを示す。試料の XRD パターンは r が増加するほど 26° 付近の回折指数 002 のピークがシャープになるとともに、バルクの h-BN と同様の位置に他の回折ピークも現れることが分かった。特に、 $r = 2.0$ の試料で回折指数 100, 101 のピークの分裂を最も顕著に観測した。このことから、 $r = 2.0$ の試料が最も高い結晶性を有していると考えられる。Fig. 2 に、 $r = 2.0$ で予備加熱を行った試料と、行っていない試料の SEM 画像を示す。予備加熱の導入により、結晶サイズが大幅に上昇したことが分かる。また、その断面からは h-BN 特有の層状構造が観測された。Fig. 3 に、合成試料をインドリン脱水素化触媒に用いた際のインドール収率を示す。 $r = 1.5$ と、予備加熱をした $r = 2.0$ の試料は、乱れた積層構造を有する t-BN ($r = 0.5$) に比べて高い触媒活性を示すことが確認できた。しかし、予備加熱を行っていない $r = 2.0$ の試料が低活性を示したことから、脱水素化反応の触媒活性は、必ずしも結晶性のみに依存する訳でないことが示唆された。

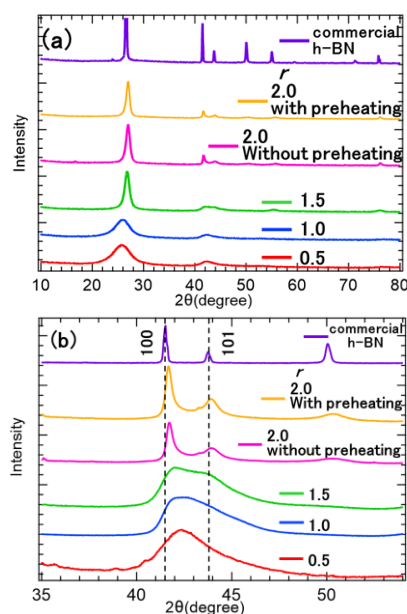
[1] J. Li *et al.*, *Nanotechnology* **24**, 155603 (2013).[2] H. Chen *et al.*, *J. Am. Chem. Soc.* **144**, 10688 (2022).[3] H. Chen *et al.*, *Angew. Chem. Int. Ed* **58**, 10626 (2019).[4] P. Gross *et al.*, *Chem. Mater.* **31**, 8052 (2019).

Fig. 1. XRD patterns of the commercial h-BN powder (particle size 10 μm) and the synthesized samples prepared from the raw materials with different ratios of $r = \text{H}_3\text{BO}_3/(\text{NH}_2)_2\text{CO}$. (a) $10^\circ < 2\theta < 80^\circ$ (b) $35^\circ < 2\theta < 54^\circ$.

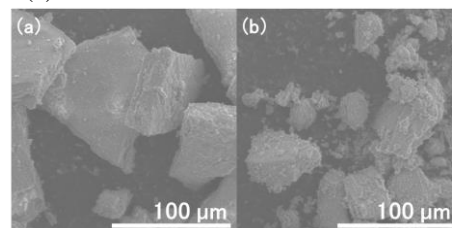


Fig. 2. SEM images of the h-BN sample ($r = 2.0$) prepared (a) with preheating and (b) without preheating processes.

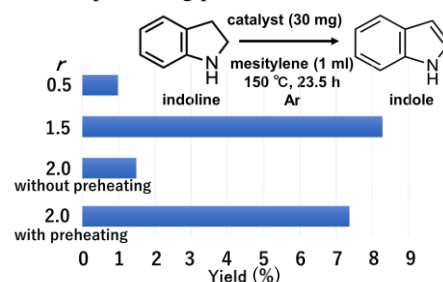


Fig. 3. Dehydrogenation performance of the synthesized samples ($r = 0.5, 1.5, 2.0$).

Mg を触媒とする低温黒鉛合成

Low-temperature catalytic graphitization of hard carbon with Mg

神戸大理¹ ○(M1) 滝 耕太郎¹, 内野隆司¹Kobe Univ.¹, °Kotaro Taki¹, Takashi Uchino¹

E-mail: 245s212s@stu.kobe-u.ac.jp

【序論】二次元層状構造を有する黒鉛は、高い電気伝導性、熱伝導性、潤滑性を有する高機能材料である。また近年では、リチウムイオン二次電池の負極材料としても応用されている。黒鉛は通常、コークスなどのソフトカーボンを3000°Cで数か月間加熱して合成される。このプロセスには大電力が必要であり、環境への負荷が大きい。これらの問題を解決するため、熔融金属からの過飽和炭素の析出を利用した、様々な低温黒鉛合成法が開発されている[1,2]。しかし、これらの手法には、「金属使用量が多く、除去が困難」、「黒鉛化度が低い」という課題点がある。我々は、ハードカーボンである活性炭にMgを質量分率で11%程度添加した混合粉末を放電プラズマ焼結（SPS）することで、活性炭の黒鉛化が~1000 - ~1300°Cで進行することを見出した。

【実験】活性炭にMgを質量分率で0及び11%添加した混合粉末を約113 MPaまで加圧しながら、約450°C/minの昇温速度で、~1000 - ~1300°Cまで昇温する条件でSPS焼結を行った。なお、所定の温度に到達後は、直ちに通電を止め、その後自然放冷した。これら作製試料に対して粉末X線回折（XRD）測定、ラマン測定、FE-SEM / EDX観察を行った。

【結果と考察】作製試料及び原料の活性炭、市販の黒鉛のXRDパターンをFig.1に示す。活性炭及びMg非添加SPS焼結試料のXRDパターンでは、ハードカーボンに特有のブロードなピークが回折指数002及び10lの位置に現れた。この結果は、Mgを添加せずにSPS焼結を行った場合、活性炭の黒鉛化は殆ど進行しないことを示している。一方、Mg添加率11%SPS焼結試料では、回折指数002のピークが鋭敏化すると共に、回折指数10lのピークが100、101に分裂することが分かった。次に、作製試料及び活性炭、市販の黒鉛のラマンスペクトルをFig.2に示す。Mg添加率11%SPS焼結試料では、黒鉛化を表すGバンドが黒鉛と同程度まで狭幅化し、かつ欠陥由来のDバンドのGバンドに対する相対強度が活性炭に比べて大きく減少していることが分かった。以上の結果から、Mg添加により活性炭の黒鉛化が1300°C程度の低温で進行することが分かった。

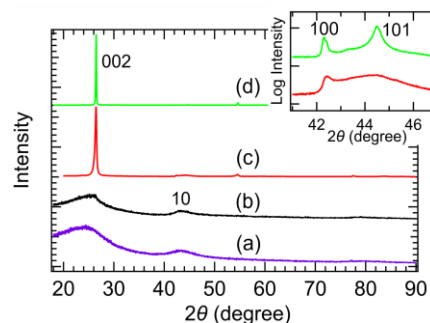
[1] E. Sajitha *et al.*, *Carbon* **42**, 2815 (2004).[2] L. Zhao *et al.*, *ChemSusChem*. **10**, 3409 (2017).

Fig. 1 XRD patterns of (a) activated carbon, (b) SPS treated (1270°C) activated carbon, (c) SPS treated (1320°C) activated carbon with 11% of Mg, and (d) commercial graphite powder. The inset shows a magnified view of (c) and (d) around $2\theta = 44^\circ$.

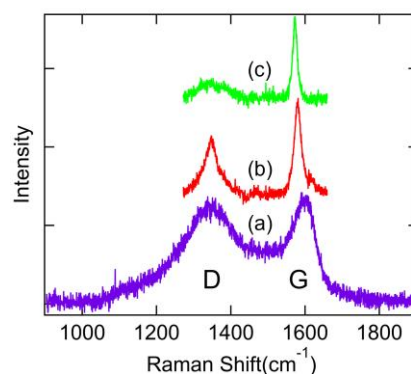


Fig. 2 Raman spectra of (a) activated carbon, (b) SPS treated (1320°C) activated carbon with 11% of Mg, and (c) commercial graphite powder.

グラフェン極短ゲート構造への転写法による単層MoS₂の堆積

Deposition of a single-layer MoS₂ on a graphene-based ultrashort gate structure using transfer method

東北大通研¹, 産総研², 筑波大³, 東北大流体研⁴, 情報通信研究機構⁵

○杉野秀明¹, 佐々木文憲¹, 田中陽来¹, 入沢寿史², 松木武雄³, 尾崎 卓哉⁴, 大堀大介⁴,
遠藤和彦⁴, 渡邊一世⁵, 吹留博一¹

RIEC, Tohoku Univ.¹, AIST², Univ. of Tsukuba³, IFS, Tohoku Univ.⁴, NICT⁵

○Hideaki Sugino¹, Fuminori Sasaki¹, Hirai Tanaka¹, Toshifumi Irisawa², Takeo Matsuki³, Takuya Ozaki⁴,
Daisuke Ohori⁴, Kazuhiko Endo⁴, Issei Watanabe⁵, Hirokazu Fukidome¹

E-mail: hirokazu.fukidome.e7@tohoku.ac.jp

Gate-All-Around (GAA)世代以降の次世代集積回路の実現には、ゲートのシングル・ナノレベルの極短化およびチャネルの1 nm程度の極薄化が不可欠である。しかし、3 nm以下の膜厚では、Siのキャリア移動度が激減する。ゆえに、MoS₂やWS₂等の二次元半導体結晶が次世代半導体材料として注目されている。我々は、WS₂とグラフェンを直交的に結晶成長させることで、グラフェン極短ゲート構造の作製に成功した[1]。本発表では、単層MoS₂の極短ゲート構造への堆積について報告する。

試料は、以下のように作製した。SiC基板上のエピグラフェン上にAl酸化膜を成長させて、次に反応性イオンエッチングにより微細段差を形成することでグラフェン極短ゲート構造を作製した。最後に、CVD成長させた単層MoS₂を、転写法によってグラフェン極短ゲート構造へ堆積させた。

作製した試料の構造・元素分布を断面TEM・EDXにより原子レベルで観察した。図1(a)に、明視野の断面TEM像を示す。平坦なSiC上に二層グラフェンが形成されており、その端が平坦部と段差の境に存在していることが観察された。段差部・平坦部の最表面には、分子層厚の層状構造が観察されている。図1(b)に示す断面EDX像から、最表面の層状物質がMoS₂、その下にAl酸化膜が存在していることが明らかとなった。ここで、MoS₂が多層であるかのように見えているのは、MoS₂が奥行き方向に凹凸や湾曲を有し、それらが重複して投影像として画像化された結果であると判断される。

以上のようにして、二層グラフェンの厚みをゲート長として定義される段差構造へ単層MoS₂を堆積させることに成功した。

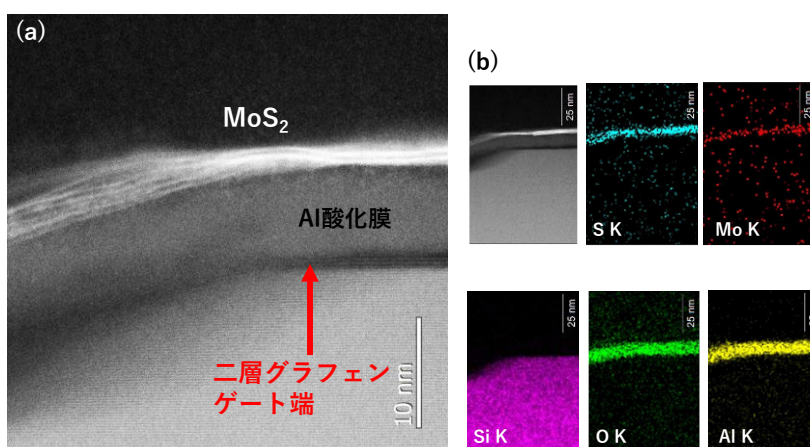


Fig. 1 作製した試料の(a) 断面TEM像、(b)元素分析像。

本研究の一部は、Beyond 5G 研究開発事業(05901)およびJST 未来社会創造事業による支援を受けた。

【参考文献】 [1] 杉野秀明, 佐々木文憲, 米窪和輝, 入沢寿史, 松木武雄, 大堀大介, 遠藤和彦, 渡邊一世, 吹留博一, 2024年春季応用物理学会 24p-1BJ-9.

硫黄ドーピングセレン化ビスマス結晶の作製と電子構造の評価

Growth of sulfur-doped bismuth selenide crystals

and evaluation of their electronic structure

北大院総化¹, 北大院工² ◯和泉 廣樹^{1,2}, 竹蓋 颯馬¹, 乾 広斗¹, 横倉 聖也^{1,2}, 島田 敏宏^{1,2}

CSE.¹ & ENG.², Hokkaido Univ., ◯Hiroki Waizumi^{1,2}, Souma Takefuta¹,

Hiroto Inui¹, Seiya Yokokura^{1,2}, Toshihiro Shimada^{1,2}

E-mail: hiroki.waizumi@eng.hokudai.ac.jp

【序】セレン化ビスマス (Bi_2Se_3) はトポロジカル絶縁体 (Topological Insulator: TI) の一種であるが、Se 欠損によりフェルミ準位が伝導帯に位置すると内部の絶縁性が損なわれる。対策の1つに超薄膜化があるものの、表面だけが伝導性を持つという TI 本来の長所を活かしきれない。我々はバルクの伝導性を制御するため、結晶作製時に Se と同族の硫黄 (S) をドーピングすることで Se 欠損への対処を試みた。原子間力顕微鏡 (AFM) や X 線回折 (XRD) を用いて、作製結晶中に S 原子が存在していることを確かめた[1]が、本発表では角度分解光電子分光法 (ARPES) を用いて結晶表面近傍の電子構造を直接観測した成果を報告する。

【実験】Bi, Se, S の混合粉末 (化学両論比 2: 1-x : x) を合計 5 g になるように秤量し、石英管に入れて高真空中で封じきった。850-650 °C の温度勾配を付けたブリッジマン炉で融解・再結晶することで結晶を作製した。この結晶を超高真空中でへき開し、表面に対して He I 線 ($h\nu = 21.22 \text{ eV}$) を照射した。光電子を Γ 点から $\theta = 5^\circ$ ごとに半球型検出器で検出した。

【結果と考察】図 1 は、S をドーピングしなかった ($x = 0$) Bi_2Se_3 試料の ARPES スペクトルである。既報[2]との比較より、 $E_B = 1.0 \text{ eV}$ 付近のピークは Se 4p の結合性軌道、 1.6 eV 付近のピークは Bi 6p の結合性軌道、 2.1 eV 付近のピークは Bi 6p の反結合性軌道と帰属した。この結果を S ドーピングした $\text{Bi}_2\text{Se}_{1-x}\text{S}_x$ 試料の ARPES 測定結果と比較する。さらに、以前行った分光測定やホール測定の結果とも照らし合わせ、作製したセレン化ビスマス結晶の S ドーピングによる効果について議論を展開する。

【参考文献】

[1] 竹蓋 颯馬, *et al.*, 第 84 回応用物理学会秋季学術講演会 (19a-A202-3) .

[2] R. Moue, *et al.*, *ChemNanoMat*, **9**, e202200538 (2023).

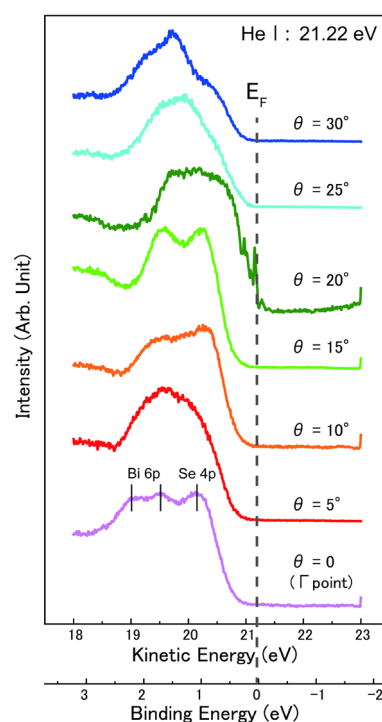


図 1. Bi_2Se_3 の ARPES スペクトル。