

高品質な多層のグラフェン被膜で 銅基板の酸化抑制を実現

SATテクノロジー・ショーケース2022

■ はじめに

銅は高い電気伝導特性を持ち、しかも価格が金や銀と比べると安いので、電気製品の配線やコンセントなど、日常生活の中で幅広く使用されている。しかし銅の表面は、すぐに酸化して電気抵抗が大きくなるため、電気接点部は各種の金属メッキにより表面を被覆している。しかし被覆に金属を用いると長期的には、さびやはがれが起こってしまうため、信頼性の高い電気接点が望まれている。そこで我々は、高い導電性があり、極めて薄い構造にしても完全なガスバリア性が保たれる多層のグラフェンを用いて、電極に使われる銅表面のさびや腐食に対して高い信頼性を持つ被覆技術の実現を目指して研究を進めている。

さて銅表面へのグラフェンの成膜方法としては、気体原料の熱分解による化学気相成長(CVD: Chemical vapor deposition)法が広く用いられている。しかし通常のCVDは、1~2層のグラフェンの成膜方法としては最適であるが、実際の電気製品の電極被膜として使用する際には、こすれに対する信頼性の確保のために、多層のグラフェンによる被覆が必要であると考えている。銅表面上に多層グラフェンを一様に成膜するために、我々は、従来の気体原料ではなく、固体の有機物を炭素源とする成膜法を採用した。なお固体有機物には、低分子であるフルオレン(C₁₃H₁₀)を用いた。合成した多層グラフェン試料の膜厚は透過電子顕微鏡(TEM: Transmission Electron Microscope)を、また酸化抑制効果の確認は、走査電子顕微鏡(SEM: Scanning Electron Microscope)および電子線後方散乱回折(EBSD: Electron Back Scatter Diffraction)法を用いて行った。多層のグラフェン被膜が、銅表面の酸化を抑制しているデータ取得に成功したので報告する。

■ 活動内容

グラフェンは、黒鉛を構成する一層の材料であり六員環構造からなっている。効率よくグラフェンの多層構造を合成するための固体原料として、三つの環構造を持つ芳香族炭化水素であるフルオレンを用いて大気圧CVD法を行った。図1に、成膜したグラフェンの断面TEM像を示す。図から約20層の多層のグラフェンが表面に平行に成膜できていることが確認できた。

次にグラフェンの多層膜の表面酸化の抑制効果を調べるために、表面の一部にのみグラフェンを成膜した試料を準備し、加熱酸化処理を行った(図2a)。表面は大きく三つに分割されているが、これは基板の銅が加熱されること

により粒塊状になるため、その粒塊の境界を観察した。次にその粒塊の上に数nm程度の無数の平板状構造が観測されるが、これが表面に成膜された多層のグラフェンのドメインである。次に、これと同一領域を、結晶方位を同定出来るEBSDで観測した(図2b)。グラフェンの成膜されている平板状の部分は、下地の銅の結晶性を反映して明るく観測されるが、グラフェンで覆われていない部分は表面酸化により銅の結晶性は乱れるため黒く観測された。これによりグラフェン被覆されている部分の銅は酸化されることが明らかになった。当日はグラフェンの被覆率の高い試料の銅表面の酸化抑制効果についても議論を行う。

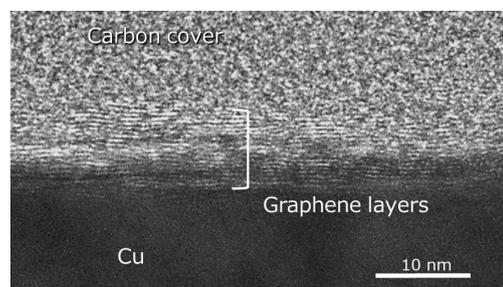


図1 成膜後の多層グラフェンのTEM断面像

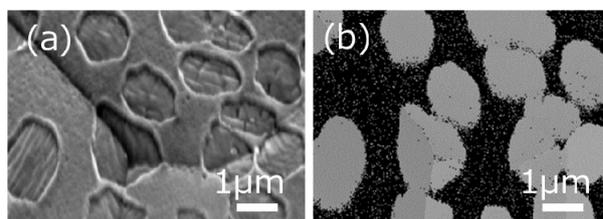


図2 多層グラフェン成膜後に、酸化加速試験を行った(a) SEM画像と(b) EBSD画像

■ 今後の展開

グラフェン被膜の品質を高めることで耐酸化性能をさらに上げると共に、実際の製品に応用できるよう研究開発を進める。将来的に、さびや腐食のない長期にわたる高い信頼性をもつ電気接点の実現を目指す。

■ 参考文献

- 1) J. Watanabe *et al.*, AIP Advances 11, 085222 (2021).

代表発表者 **渡辺 純(わたなべ じゅん)**
 所属 **矢崎総業株式会社 技術研究所
 ナノマテリアル研究部**
 問合せ先 〒410-1194 静岡県裾野市御宿 1500 番地
 TEL: 055-965-3207 FAX: 055-965-0479
 E-mail: jun.watanabe.sp@jp.yazaki.com

■キーワード: (1) グラフェン
 (2) 酸化防止コーティング
 (3) CVD

■共同研究者: 岡田光博(産業技術総合研究所)
 田中深幸(産業技術総合研究所)
 清水哲夫(産業技術総合研究所)
 久保利隆(産業技術総合研究所)