

Katedra Inżynierii Procesowej i Technologii Materiałów Polimerowych i
Węglowych Politechniki Wrocławskiej

mgr inż. Krzysztof Lis

Tytuł: „Opracowanie technologii pokrywania ścieżek i drutów miedzianych warstwami grafenowymi do zastosowań w elektronice”

Promotorzy:

Prof. dr hab. inż. Grażyna Gryglewicz

Katedra Inżynierii Procesowej i Materiałów Polimerowych i Węglowych

Dr hab. inż. Alicja Bachmatiuk

Sieć Badawcza Łukasiewicz - PORT Polski Ośrodek Rozwoju Technologii

Streszczenie

Celem doktoratu wdrożeniowego jest budowa systemów do syntezy grafenu na powierzchni miedzi i optymalizacja warunków syntez w kierunku efektywnego pokrywania powierzchni przewodów i ścieżek miedzianych grafenem w połączeniu z opracowaniem metod oceny jakości uzyskiwanych powłok.

Prace badawcze rozpoczęto od opracowania, budowy i optymalizacji dwóch systemów do syntezy grafenu za pomocą chemicznego osadzania z fazy gazowej (CVD). Pierwszy system miał za zadanie umożliwienie ciągłego pokrywania przewodów miedzianych o różnych średnicach. Drugi, okresowy system ukierunkowany był na proces niskotemperaturowy, na potrzeby pokrywania ścieżek miedzianych warstwami grafenowymi, jak i wysokotemperaturowy, którego zakładał cel to pozyskiwanie grafenu o wysokiej jakości. Budowa i optymalizacja systemów miała za zadanie opracowanie założeń technologicznych wytwarzania wysokiej jakości powłok grafenowych przy zachowaniu warunków niezbędnych do wdrożenia rozwiązań w przemyśle. W obu systemach prace rozpoczęto od prototypowych prostych układów pozwalających jedynie na kontrolę temperatury procesu oraz składu i przepływu najczęściej stosowanych gazów reakcyjnych (metanu, argonu i wodoru).

Na tak przygotowanych prototypach przeprowadzono testy w celu wstępnego rozpoznania parametrów niezbędnych do wytworzenia powłoki grafenowej początkowo na drutach i foliach miedzianych. Testowano główne parametry procesowe (prędkość przepływu gazów, skład mieszaniny gazowej, temperaturę procesu, czas nagrzewania drutu/folii miedzianej, czas trwania syntezy, sposób przygotowania drutu/folii miedzianej przed

procesem syntezy grafenu). Ze względu na zaobserwowane ograniczone możliwości systemów oba zmodyfikowano dodając układ odbioru gazów umożliwiającą pełną kontrolę ciśnienia reakcji oraz generator fal radiowych umożliwiającą prowadzenie syntez wspomaganych plazmą. Oba systemy zmodyfikowano również o układ umożliwiającą zastosowanie ciekłych węglowodorów jako źródeł węgla, co umożliwiło prowadzenie syntez z wykorzystaniem niepalnej mieszanki gazów 95 % Ar/5 % H₂.

Przeprowadzono badania porównawcze pozwalające na ocenę wpływu przygotowania podłoży na jakość uzyskiwanych powłok grafenowych, m. in. usuwania zanieczyszczeń poprodukcyjnych z powierzchni miedzi (mycie w rozpuszczalnikach organicznych), redukcję chropowatości (elektrochemiczne polerowanie, wyżarzanie), usuwanie tlenków miedzi (trawienie).

Opracowano dwie metody oceny jakości uzyskanych powłok grafenowych. Pierwszą jest szybka ocena stopnia pokrycia bezpośrednio na powierzchni miedzi oparta na wygrzewaniu próbek i obserwacji stopnia utlenienia na mikroskopie świetlnym oraz obrazowanie SEM powierzchni próbek. Drugim jest pełna charakterystyka jakości powłoki grafenowej wymagająca transferu na podłoże krzemowe (spektroskopia Ramana, obrazowania AFM) i/lub siatkę TEM (obrazowania TEM, spektroskopia EELS) pozwalająca na ocenę ilości warstw, ilości defektów i rodzaju zanieczyszczeń.

W celu wykazania wdrożeniowej przydatności powłok uzyskiwanych w innowacyjnym systemie do ciągłej syntezy grafenu wykonano porównawcze badania starzeniowe i odporności na podwyższoną temperaturę. Badania przeprowadzono dla drutów miedzianych o komercyjnej klasie czystości M1E, w których drut pokryty grafenem CVD, tlenkiem grafenu i lakierem komercyjnym poddano testom korozji w mgłę solnej. Oceniano stopień zabezpieczenia powierzchni miedzi i zmiany rezystancji w podwyższonej temperaturze. Badania wykazały zarówno stabilność strukturalną grafenu po testach antykorozyjnych jak i zbliżone lub lepsze wyniki rezystancji w podwyższonej temperaturze w porównaniu z komercyjnymi powłokami.