



(21) 申請案號：106111790

(22) 申請日：中華民國 106 (2017) 年 04 月 07 日

(51) Int. Cl. :

H01L27/13 (2006.01)

H01L21/324 (2006.01)

(71) 申請人：國立交通大學 (中華民國) NATIONAL CHIAO TUNG UNIVERSITY (TW)

新竹市大學路 1001 號

(72) 發明人：侯拓宏 HOU, TUO HUNG (TW)；黃俊宏 HUANG, JYUN HONG (TW)

(74) 代理人：李貞儀；童啓哲

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：17 項 圖式數：18 共 34 頁

(54) 名稱

二維材料的製作方法

FABRICATION METHOD FOR TWO-DIMENSIONAL MATERIALS

(57) 摘要

本發明二維材料的製作方法包含以下步驟：於基板上形成具有至少一二維材料元素之薄膜；於薄膜上形成至少一包覆層；於包覆層形成後將薄膜進行退火，以形成二維材料膜。

A fabrication method for two-dimensional materials of the present invention includes the following steps: forming a thin film having at least one two-dimensional element on a substrate; forming at least one capping layer on the thin film; annealing the thin film to form a two-dimensional material film after the capping layer is formed.

指定代表圖：

符號簡單說明：

S10 . . . 薄膜形成步驟

S20 . . . 包覆層形成步驟

S30 . . . 退火步驟

S40 . . . 二維材料膜形成步驟

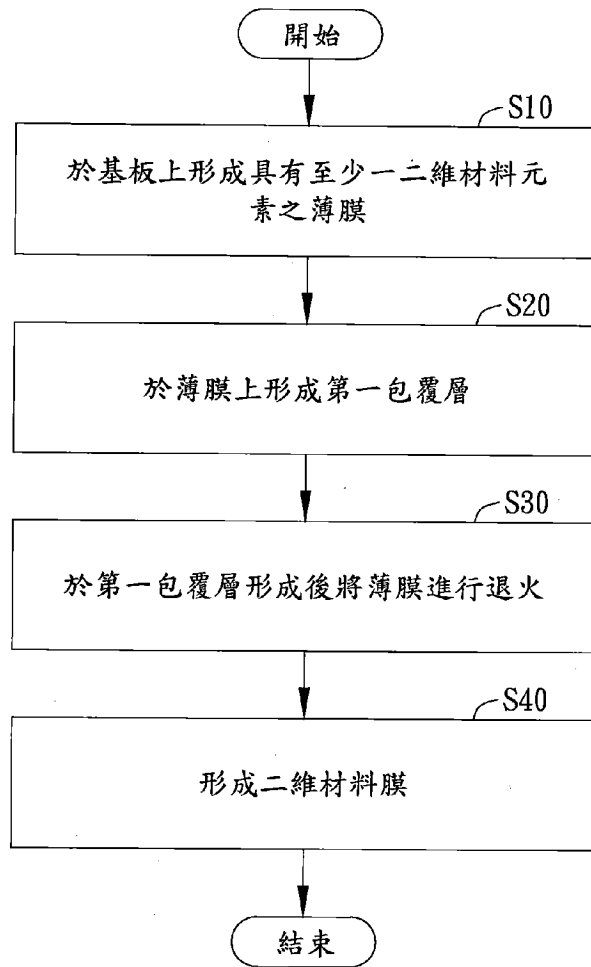


圖 1

發明摘要

※ 申請案號：106111790

※ 申請日： 106/04/07

※IPC 分類：*H01L 27/13* (2006.01)
H01L 21/324 (2006.01)

【發明名稱】(中文/英文)

二維材料的製作方法

Fabrication Method for Two-Dimensional Materials

【中文】

本發明二維材料的製作方法包含以下步驟：於基板上形成具有至少一二維材料元素之薄膜；於薄膜上形成至少一包覆層；於包覆層形成後將薄膜進行退火，以形成二維材料膜。

【英文】

A fabrication method for two-dimensional materials of the present invention includes the following steps: forming a thin film having at least one two-dimensional element on a substrate; forming at least one capping layer on the thin film; annealing the thin film to form a two-dimensional material film after the capping layer is formed.

【代表圖】

【本案指定代表圖】：第（1）圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

S10 薄膜形成步驟

S20 包覆層形成步驟

S30 退火步驟

S40 二維材料膜形成步驟

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

二維材料的製作方法

Fabrication Method for Two-Dimensional Materials

【技術領域】

【0001】 本發明係關於一種二維材料的製作方法；具體而言，本發明係關於一種能夠製成大面積均勻分布的二維材料的製作方法。

【先前技術】

【0002】 二維材料是指具有原子級厚度的單層或數層材料結構。二維材料由於在電傳導、光學、機械特性等方面的特殊性質而受到重視。例如石墨烯，其具有高載子遷移率、光透明度等特性。

【0003】 現有的二維材料製作方法主要有機械剝離法、分子束磊晶法以及化學氣相沉積法。機械剝離法受限於人工的操作，無法提供穩定的製作品質。此外，採用機械剝離法僅能於局部表面進行製作，難以製成大面積的二維材料。分子束磊晶法可沉積具有數層的二維材料結構，但是仍無法製成大面積的二維材料。此外，採用分子束磊晶法需在超高真空的環境下進行，需要耗費較多的製程時間與成本。

【0004】 採用化學氣相沉積法相較前二種方式雖可提高生產效能，然而以此方式製作二維材料有諸多限制，例如，前驅物的選擇、不同元素的蒸氣分壓比控制、以及腔體內的氣流控制等等。上述因素造成製程設計的複雜度。因此，現有的二維材料製作方法仍有待改進。

【發明內容】

【0005】 本發明之一目的在於提供一種二維材料的製作方法，可降低製程的複雜度。

【0006】 本發明之另一目的在於提供一種二維材料的製作方法，可提高二維材料的品質。

【0007】 二維材料的製作方法包含以下步驟：於基板上形成具有至少一二維材料元素之薄膜；於薄膜上形成至少一包覆層；於包覆層形成後將薄膜進行退火，以形成二維材料膜。

【圖式簡單說明】**【0008】**

圖 1 為本發明二維材料製作方法之一實施例流程圖；

圖 2A 至圖 2D 為製作二維材料之一實施例示意圖；

圖 3 為本發明二維材料製作方法之另一實施例流程圖；

圖 4A 至圖 4D 為製作二維材料之一實施例示意圖；

圖 5 為 2H-MoTe_2 二維材料膜的拉曼光譜；

圖 6 為 2H-MoTe_2 二維材料膜上取不同位置量測拉曼光譜主要峰值的統計圖；

圖 7 為 2H-MoTe_2 二維材料膜存放不同時間長度下的拉曼光譜；

圖 8 為不同沉積時間所製成 2H-MoTe_2 二維材料膜的拉曼光譜；

圖 9 為 2H-MoS_2 二維材料膜的拉曼光譜；

圖 10 為 Td-WTe_2 二維材料膜的拉曼光譜；

圖 11 為本發明二維材料製作方法之另一實施例流程圖；

圖 12A 至圖 12D 為 MoTe_2 二維材料膜於不同退火時間的光學顯微影像；

圖 13A 至圖 13E 為 MoTe_2 二維材料膜形成不同結構相的示意圖；

圖 14A 及圖 14B 為 MoTe_2 二維材料膜形成不同結構相的拉曼光譜；

圖 15A 為 2H- MoTe_2 二維材料膜的高解像能電子顯微剖面影像；

圖 15B 為 2H- MoTe_2 二維材料膜的高解像能電子顯微平面影像；

圖 15C 為對應圖 15B 的快速傅立葉轉換影像；

圖 15D 為 2H- MoTe_2 二維材料膜的選區繞射圖案；

圖 15E 為 1T'- MoTe_2 二維材料膜的高解像能電子顯微平面影像；

圖 15F 為 1T'- MoTe_2 二維材料膜的選區繞射圖案；

圖 16 為本發明二維材料製作方法之另一實施例流程圖；

圖 17 為採用 MoTe_2 二維材料膜之電晶體元件的 I_D - V_G 電性圖；

圖 18 為採用 MoTe_2 二維材料膜之電晶體元件的 I_D - V_D 電性圖。

【實施方式】

【0009】 本發明係提供一種二維材料的製作方法，請參考圖 1。圖 1 為本發明二維材料製作方法之一實施例流程圖。如圖 1 所示，二維材料的製作方法包含薄膜形成、包覆層形成、退火、以及二維材料膜形成等階段。圖 2A 至圖 2D 為製作二維材料之一實施例示意圖。如圖 1 及圖 2A 所示，在步驟 S10：於基板 10 上形成具有至少一二維材料元素之薄膜 20。於一實施例，薄膜 20 形成步驟中，可以物理氣相沉積形成薄膜 20。基板 10 可包括矽、鍺、矽鍺、矽碳、砷化鎵、砷化銻鎵、磷化銻、砷化銻、二氧化矽、氮化矽、藍寶石、氧化鋁、二氧化鉛、二氧化鋯、二氧化鈦、五氧化二鉭、氧化鋅、氧化銻鎵鋅。

【0010】 接著，在步驟 S20：於薄膜上形成第一包覆層。如圖 2B 所

示，第一包覆層 30 形成於薄膜 20 上。薄膜 20 位於基板 10 與第一包覆層 30 之間。第一包覆層 30 係作為薄膜 20 的保護層，以確保薄膜 20 的形成品質穩定。第一包覆層 30 可包括二氧化矽、氮化矽、氧化矽(SiO_x)、氮化矽(SiN_x)、矽、鍺、氧化鋁、二氧化鉛、二氧化鉛、二氧化鈦、五氧化二鉬、氧化鋅、氧化銻鎳鎳。整體而言，薄膜 20 的沉積厚度範圍為 0.5nm 至 10 μm 。包覆層 30 的厚度範圍為 5nm 至 10 μm 。

【0011】 在步驟 S30：於第一包覆層形成後將薄膜進行退火。如圖 2C 所示，將具有第一包覆層 30 及薄膜 20 的試片放置於爐管 50 中，通入氣體(例如氮氣)，並進行退火。退火溫度範圍為 300 $^{\circ}\text{C}$ 至 1200 $^{\circ}\text{C}$ 。退火方式例如可採熔爐退火、快速熱退火、雷射退火、或微波退火。所述退火步驟係於第一包覆層形成之後進行，藉此，第一包覆層可避免薄膜內的二維材料元素因退火製程而損失，以提高二維材料的品質。此外，第一包覆層在退火步驟中，可作為控制層，亦即，限制薄膜形成二維材料膜的過程中沿二維而非三維方向的成長。在步驟 S40：形成二維材料膜。如圖 2D 所示，退火製程結束後形成二維材料膜 22。

【0012】 上述二維材料膜可包括自二維異質層的薄膜或自二維單質層的薄膜所製成。於一實施例，二維材料膜可為過渡金屬二硫屬化物，(可表示為 MX_2)。例如，二硫化鉬(MoS_2)、二碲化鉬(MoTe_2)、二碲化鎢(WTe_2)... 等等。具體而言，薄膜係為包含至少一過渡金屬與至少一硫屬元素作為二維材料元素的二維異質層。所述過渡金屬係選自由鉬、鎢、鉻、釩、鈮、鉭、鉍、鈦、鉛、鋳、銻所組成的群組，且所述硫屬元素係選自由硫、硒、碲所組成的群組。

【0013】 應理解，自上述過渡金屬與硫屬元素中所形成的二維材料膜並不以二元形式為限，還可以形成像是 $\text{Mo}_x\text{W}_{(1-x)}\text{Te}_2$ 、 $\text{MoS}_{2x}\text{Se}_{2(1-x)}$ ，以及如

鉬摻雜-鈮摻雜-二硫化鉬(Ta-doped, Nb-doped MoS₂)等多元形式的二維材料。

【0014】 以過渡金屬與硫屬元素中所製成的二維材料膜為例，在薄膜形成步驟中，可於具有上述兩類二維材料元素之靶材進行濺鍍或蒸鍍。於一實施例，可採用單一靶材，且靶材上的過渡金屬與硫屬元素具有當量比。在其他實施例，亦可視製程需求採用共濺鍍或共蒸鍍包含二維材料元素(例如過渡金屬與硫屬元素)的複數個靶材而形成薄膜。舉例而言，根據多元材料的成分比例，採用共濺鍍的方式對多個靶材進行濺鍍製程，藉此可對個別材料的參數進行調整，提高製程彈性。

【0015】 此外，在退火步驟中，較佳係於無硫屬氣氛下進行。換言之，藉本發明提供的第一包覆層，可避免採用如硫屬元素粉末加熱揮發這類較為複雜的反應方式，以簡化製程設計。對於包含過渡金屬與硫屬元素的薄膜，第一包覆層還可作為硫屬阻隔層，亦即，限制高溫下硫屬元素的昇華反應，避免硫屬元素逸散。

【0016】 於其他實施例，二維材料膜可為過渡金屬碳/氮化物，(或以MX_{enc}代稱)。例如，碳化鈦(Ti₃C₂)、碳化鉬(TaC)...等等。具體而言，薄膜係為包含至少一過渡金屬與至少一非金屬元素作為二維材料元素的二維異質層。所述過渡金屬係選自由鉬、鎢、鉻、釩、鈮、鉭、鉑、鈦、鉛、鋯、銻所組成的群組，且所述非金屬元素係選自由碳、氮所組成的群組。類似地，此類二維材料膜亦可為多元形式，像是 Ti₃(C_{0.5}N_{0.5})₂、(Ti_{0.5}Nb_{0.5})₂C。第一包覆層可避免薄膜內的二維材料元素因退火製程而損失，以提高二維材料的品質。此外，第一包覆層在退火步驟中，可作為控制層，亦即，限制薄膜形成二維材料膜的過程中沿二維而非三維方向的成長。

【0017】 於其他實施例，二維材料膜還可為石墨烯族(例如：氮化硼

(BN)、磷化硼(BP)、氮化鎵(GaN)、氮化鋁鎵(AlGaN))，以及其他具有硫族元素的化合物(例如：二硒化銦(In_2Se_2)、硒化銦(InSe)、碲化銦(InTe))。具體而言，薄膜係為包含至少一第十三行元素與至少一第十五行元素或第十六行元素作為二維材料元素的二維異質層。所述第十三行元素係選自由硼、鋁、鎵、銦所組成的群組，且所述第十五行元素係選自由氮、磷所組成的群組，第十六行元素係選自由硫、硒、碲所組成的群組。

【0018】 就二維單質層的薄膜而言，可形成如黑磷烯(Phosphorene)、矽烯(Silicene)、硼烯(borophene)...等二維材料膜。具體而言，薄膜係為二維單質層，二維材料元素係選自由碳、鍺、矽、錫、鎵、磷所組成的群組。

【0019】 圖 3 為本發明二維材料製作方法之另一實施例流程圖。如圖 3 所示，二維材料的製作方法中，包覆層之形成可進一步分為兩個階段。請同時參考圖 4A 至圖 4D 所繪示製作二維材料之示意圖。如圖 3 及圖 4A 所示，在步驟 S10 及步驟 S20 係於基板 10 上形成薄膜 20。薄膜 20 具有至少一二維材料元素，並將第一包覆層 30 形成於薄膜 20 上。薄膜 20 位於基板 10 與第一包覆層 30 之間。

【0020】 在步驟 S21：於薄膜上形成第二包覆層。如圖 4B 所示，第二包覆層 32 形成於薄膜 20 上。第一包覆層 30 和第二包覆層 32 位於薄膜 20 相反於基板 10 的同一側。第一包覆層 30 位於薄膜 20 與第二包覆層 32 之間。第一包覆層 30 和第二包覆層 32 可包括二氧化矽、氮化矽、氧化矽(SiO_x)、氮化矽(SiN_x)、矽、鍺、氧化鋁、二氧化鉛、二氧化鋇、二氧化鈦、五氧化二鉭、氧化鋅、氧化銦鎵鎵。整體而言，薄膜的沉積厚度範圍較佳為 0.5nm 至 10 μm 。第一包覆層(或第二包覆層)的厚度範圍較佳為 5nm 至 10 μm 。

【0021】 接著在步驟 S30：於包覆層(包括第一包覆層和第二包覆層)

形成後將薄膜進行退火。如圖 4C 所示，將具有第一包覆層 30、第二包覆層 32 以及薄膜 20 的試片放置於爐管 50 中，通入氣體(例如氮氣)，並進行退火。退火溫度範圍為 300°C 至 1200°C。所述退火步驟係於第一包覆層 30 和第二包覆層 32 形成之後進行，藉此，第一包覆層 30 和第二包覆層 32 可避免薄膜 20 內的二維材料元素因退火製程而損失，以提高二維材料的品質。

【0022】 於一實施例，第一包覆層係以蒸鍍方式形成於薄膜上，第二包覆層係以電漿輔助化學氣相沈積方式形成於第一包覆層上。藉此形成第二包覆層之密度高於第一包覆層之密度，亦即，薄膜上具有不同的緻密度的包覆層。在退火過程中，第一包覆層和第二包覆層係共同作為薄膜的保護層，以確保薄膜的形成品質穩定。藉由密度更高的第二包覆層可進一步提高薄膜的形成品質。

【0023】 另外，在形成第二包覆層的過程中，第一包覆層亦可作為薄膜的保護層，以防止第二包覆層形成時損傷薄膜。在步驟 S40：形成二維材料膜。如圖 4D 所示，退火製程結束後形成二維材料膜。

【0024】 圖 5 為 2H-MoTe₂ 二維材料膜的拉曼光譜。2H-MoTe₂ 係為 MoTe₂ 的多個結構相其中之一。2H-MoTe₂ 二維材料膜係根據圖 3 之流程，於 MoTe₂ 靶材上進行濺鍍 30 秒，並將 MoTe₂ 薄膜沉積於 3cm x 4cm 之 SiO₂ 基板上。接著於 MoTe₂ 薄膜上形成兩層各 50nm 厚的 SiO₂ 作為包覆層。在退火階段，於爐管以 650°C 加熱 24 小時後自然冷卻至 200°C，以得到 2H-MoTe₂ 二維材料膜。如圖 5 所示，2H-MoTe₂ 二維材料膜可觀察到在約 171.4cm⁻¹(A_{1g})、234.7 cm⁻¹ (E_{2g}¹)、及 290.0 cm⁻¹ (B_{2g}¹)處的拉曼波峰。

【0025】 請進一步參考圖 6。圖 6 為 2H-MoTe₂ 二維材料膜上取不同位置量測拉曼光譜主要峰值的統計圖。如圖 6 所示，在 3cm x 4cm 大小之 2H-MoTe₂ 二維材料膜上取 60 個位置對主要波峰(A_{1g}、E_{2g}¹、B_{2g}¹)統計後發

現，峰值位置的變異很小，表示藉由本發明所得 2H-MoTe₂ 二維材料膜品質均勻且可製作成毫米級的大面積。

【0026】 圖 7 為 2H-MoTe₂ 二維材料膜存放不同時間長度下的拉曼光譜。圖 7 為 2H-MoTe₂ 二維材料膜存放於真空乾燥器中，量測不同天數的拉曼光譜變化。在圖 7 中，曲線 A、B、C、D 分別為初始、5 天、12 天、以及 66 天的情形。如圖 7 所示，2H-MoTe₂ 二維材料膜在存放超過兩個月下拉曼光譜無明顯變化，表示藉由本發明可得到品質穩定的 2H-MoTe₂ 二維材料膜。

【0027】 圖 8 為不同沉積時間所製成 2H-MoTe₂ 二維材料膜的拉曼光譜。在圖 8 中，實線曲線為 MoTe₂ 靶材上進行濺鍍 30 秒後所製成的 2H-MoTe₂ 二維材料膜。虛線曲線為 MoTe₂ 靶材上進行濺鍍 3 分鐘後所製成的 2H-MoTe₂ 二維材料膜。如圖 8 所示，二維材料膜的主要拉曼波峰的位置大致不變，表示藉由本發明的方法可對不同沉積厚度的情形提供穩定的品質，具有良好的可控制性。

【0028】 此外，請參見圖 9 及圖 10。圖 9 為 2H-MoS₂ 二維材料膜的拉曼光譜。2H-MoS₂ 二維材料膜係根據圖 3 之流程所製成。於 MoS₂ 靶材上進行濺鍍 10 秒，並將 MoS₂ 薄膜沉積於藍寶石基板上。接著於 MoS₂ 薄膜上形成兩層 SiO₂ 作為包覆層。在退火階段，於爐管以 780°C 加熱 12 小時後待自然冷卻以得到 2H-MoS₂ 二維材料膜。如圖 9 所示，2H-MoS₂ 二維材料膜可觀察到在約 385.6 cm⁻¹ (E_{2g}¹)、406.6 cm⁻¹ (A_{1g}) 處的拉曼波峰。

【0029】 圖 10 為 Td-WTe₂ 二維材料膜的拉曼光譜。類似地，Td-WTe₂ 二維材料膜係根據圖 3 之流程所製成。於 WTe₂ 靶材上進行濺鍍 30 秒，並將 WTe₂ 薄膜沉積於藍寶石基板上。接著於 WTe₂ 薄膜上形成兩層 SiO₂ 作為包覆層。在退火階段，於爐管以 750°C 加熱 1 小時後待自然冷卻以得到

Td-WTe₂ 二維材料膜。如圖 10 所示，Td-WTe₂ 二維材料膜可觀察到在約 109.9cm⁻¹(A₂⁴)、121.9 cm⁻¹ (A₁⁹)、131.7 cm⁻¹ (A₁⁸)、166.2 cm⁻¹ (A₁⁵)及 216.1 cm⁻¹ (A₁²)處的拉曼波峰。由上述不同實驗結果可知，本發明的方法可適用於製成不同的二維材料膜，並提供良好的品質。

【0030】 圖 11 為本發明二維材料製作方法之另一實施例流程圖。對於具有不同結構相的二維材料，可利用調整退火時間及/或退火溫度進行結構相的改變。在圖 11 中，步驟 S10~S30、S40 已如上述，在此不另贅述。在步驟 S32：調整退火時間與退火溫度。例如，在退火階段，調整退火時間與退火溫度以控制薄膜自具有第一結構相的二維材料膜轉換為具有第二結構相的二維材料膜。所述第一結構相與第二結構相可為具有不同導電特性的二維材料膜。舉例而言，第一結構相具有半金屬性，且第二結構相具有半導體性。藉由調整退火時間及/或退火溫度，使半金屬性的二維材料膜變為半導體性的二維材料膜，或是將半導體性的二維材料膜變為半金屬性的二維材料膜。

【0031】 圖 12A 至圖 12D 為 MoTe₂ 二維材料膜於不同退火時間的光學顯微影像。於爐管中以每分鐘昇溫 37.5°C 的速度自 200°C 加熱至 650°C，並維持 650°C 一段時間(3 至 24 小時)。如圖 12A 所示，在加熱 3 小時下，MoTe₂ 二維材料膜大多為 1T' 的結構相。如圖 12B(加熱 6 小時)及圖 12C(加熱 15 小時)所示，隨退火時間增加，MoTe₂ 二維材料膜中 2H 結構相的範圍逐漸比 1T' 結構相的範圍大。光學顯微影像中的深色暗點為碲(Te)的沉積物，分布在 2H 結構相之邊界。如圖 12D 所示，在加熱 24 小時下，MoTe₂ 二維材料膜皆為 2H 的結構相，即 2H-MoTe₂。

【0032】 請配合參考圖 13A 至圖 13E。圖 13A 至圖 13E 為 MoTe₂ 二維材料膜形成不同結構相的示意圖。如圖 13A 所示，在基板 10 上形成具有

鉬 203 及碲 201 之薄膜 20，並將第一包覆層 30 和第二包覆層 32 形成於薄膜 20 上。

【0033】 如圖 13B 所示，在退火製程中加熱一段時間後，形成 MoTe_2 二維材料膜 22，並且在區塊 R11、區塊 R12、區塊 R13 形成 1T' 的結構相，在各區塊之間具有過量的碲 201 分布。

【0034】 如圖 13C 所示，在區塊 R22 及區塊 R24(大致對應過量碲 201 的位置)，開始形成 2H 的結構相，而區塊 R21、區塊 R23 及區塊 R25 則為 1T' 的結構相。

【0035】 如圖 13D 所示，隨退火時間增加， MoTe_2 二維材料膜 22 中 2H 結構相的範圍逐漸比 1T' 結構相的範圍大。在 2H 結構相之邊界(即區塊 R32 兩側、區塊 R33 與區塊 R34 之間)有過量的碲 201。

【0036】 如圖 13E 所示，在加熱 24 小時下， MoTe_2 二維材料膜 22 皆為 2H 的結構相，2H- MoTe_2 的晶粒邊界有過量的碲 201 沉澱。從碲 201 的沉澱物也可得知藉由本發明的方法提供薄膜保護，可避免薄膜內的二維材料元素因退火製程而損失。

【0037】 如前所述，在薄膜形成階段可於具有當量比的靶材蒸鍍或濺鍍以形成薄膜。在其他實施例，可於具有非當量比的靶材進行蒸鍍或濺鍍(例如 Mo 與 Te 非 1 比 2 的關係)，藉此可增加製程之調變性，例如減少前述碲的沉澱量。

【0038】 圖 14A 及圖 14B 為 MoTe_2 二維材料膜形成不同結構相的拉曼光譜。圖 14A 為 2H- MoTe_2 對應圖 12A 至圖 12D 中不同加熱時間的拉曼光譜。圖 14B 為 1T'- MoTe_2 對應圖 12A 至圖 12C 中不同加熱時間的拉曼光譜。如圖 14A 所示，在加熱 3 小時、6 小時、15 小時、24 小時皆觀察到 2H 的結構相。如圖 14B 所示，在加熱 3 小時、6 小時、15 小時可觀察到 1T'

的結構相。加熱至 24 小時，則無 1T' 的結構相。

【0039】 圖 15A 至圖 15D 係觀察退火加熱 24 小時的 2H-MoTe₂ 二維材料膜。圖 15A 為 2H-MoTe₂ 二維材料膜的高解像能電子顯微剖面影像。如圖 15A 所示，2H-MoTe₂ 二維材料膜具有三層結構，總厚度為 2.1nm。圖 15B 為 2H-MoTe₂ 二維材料膜的高解像能電子顯微平面影像，且圖 15C 為對應圖 15B 的快速傅立葉轉換影像。如圖 15C 所示，2H-MoTe₂ 二維材料膜呈現完美的六方晶格排列。圖 15D 為 2H-MoTe₂ 二維材料膜的選區繞射圖案。以 650nm 的孔徑得到如圖 15D 所示，單晶 2H-MoTe₂ 具有六方對稱的繞射圖案。

【0040】 此外，圖 15E 至圖 15F 係觀察退火加熱 3 小時的 1T'-MoTe₂ 二維材料膜。圖 15E 為 1T'-MoTe₂ 二維材料膜的高解像能電子顯微平面影像。如圖 15E 所示，1T'-MoTe₂ 二維材料膜呈現晶格無序的結構。圖 15F 為 1T'-MoTe₂ 二維材料膜的選區繞射圖案。以 260nm 的孔徑得到如圖 15F 所示，1T'-MoTe₂ 二維材料膜為多晶材料。由上述拉曼光譜及電子顯微影像的觀察可知，二維材料可藉調整退火時間及/或退火溫度進行結構相的改變。

【0041】 圖 16 為本發明二維材料製作方法之另一實施例流程圖。在圖 16 中，步驟 S10~S40 已如上述，在此不另贅述。在步驟 S50：於退火後以氫氟酸移除二維材料膜上之包覆層。在步驟 S52：將二維材料膜轉移至另一基板上。舉例而言，將二維材料膜用於電晶體元件的製作前，較佳將二維材料膜轉移至新的基板上，避免原基板在退火製程中可能受損的情形。

【0042】 圖 17 為採用 MoTe₂ 二維材料膜之電晶體元件的 I_D-V_G 電性圖。圖 18 為採用 MoTe₂ 二維材料膜之電晶體元件的 I_D-V_D 電性圖。根據前述流程將 MoTe₂ 二維材料膜上的包覆層移除並將 MoTe₂ 二維材料膜轉移至新的基板後，在 MoTe₂ 二維材料膜上沉積鈹金屬作為源極與汲極以製成具

有通道長為 $8\mu\text{m}$ 的背閘極式場效電晶體。如圖 17 所示，電晶體具有好的開關電流比。例如在汲極電壓(V_D) = -1(見曲線 E3)，具有開關電流比達 10^5 。如圖 18 所示，汲極電流隨閘極電壓等比例變化。在閘極電壓(V_G) = 0 時(見曲線 F1)，汲極電流趨近於 0，漏電流很小。藉本發明之方法所製成適用於電晶體元件的二維材料膜，可提供良好的元件特性。

【0043】 本發明已由上述相關實施例加以描述，然而上述實施例僅為實施本發明之範例。必需指出的是，已揭露之實施例並未限制本發明之範圍。相反地，包含於申請專利範圍之精神及範圍之修改及均等設置均包含於本發明之範圍內。

【符號說明】

【0044】

10 基板	32 第二包覆層
20 薄膜	50 爐管
22 二維材料膜	201 碲(Te)
30 第一包覆層	203 鉬(Mo)

【生物材料寄存】

國內寄存資訊【請依寄存機構、日期、號碼順序註記】

國外寄存資訊【請依寄存國家、機構、日期、號碼順序註記】

【序列表】 (請換頁單獨記載)

申請專利範圍

1. 一種二維材料的製作方法，包含以下步驟：

於一基板上形成具有至少一二維材料元素之一薄膜；

於該薄膜上形成至少一包覆層；以及

於該包覆層形成後將該薄膜進行退火，以形成一二維材料膜。

2. 如請求項 1 所述之二維材料的製作方法，其中該薄膜係為包含至少一過渡金屬與至少一硫屬元素作為該二維材料元素的二維異質層，所述過渡金屬係選自由鉬、鎢、鉻、釩、鈮、鉭、鉍、鈦、鉛、鋅、銻所組成的群組，且所述硫屬元素係選自由硫、硒、碲所組成的群組。
3. 如請求項 2 所述之二維材料的製作方法，其中於該薄膜形成步驟係於具有所述過渡金屬與所述硫屬元素之至少一靶材進行濺鍍或蒸鍍，且所述過渡金屬與所述硫屬元素具有非當量比。
4. 如請求項 2 所述之二維材料的製作方法，其中該退火步驟係於一無硫屬氣氛下進行。
5. 如請求項 2 所述之二維材料的製作方法，其中該退火步驟包含：調整退火時間與退火溫度以控制該薄膜自具有第一結構相的該二維材料膜轉換為具有第二結構相的該二維材料膜，其中該第一結構相與該第二結構相具有不同之導電特性。
6. 如請求項 1 所述之二維材料的製作方法，其中該薄膜係為包含至少一過渡金屬與至少一非金屬元素作為該二維材料元素的二維異質層，所述過渡金屬係選自由鉬、鎢、鉻、釩、鈮、鉭、鉍、鈦、鉛、鋅、銻所組成的群組，且所述非金屬元素係選自由碳、氮所組成的群組。

7. 如請求項 1 所述之二維材料的製作方法，其中該薄膜係為二維單質層，該二維材料元素係選自由碳、鍺、矽、錫、鎵、磷所組成的群組。
8. 如請求項 1 所述之二維材料的製作方法，其中該薄膜係為包含至少一第十三行元素與至少一第十五行元素或第十六行元素作為該二維材料元素的二維異質層，所述第十三行元素係選自由硼、鋁、鎵、銦所組成的群組，且所述第十五行元素係選自由氮、磷所組成的群組，第十六行元素係選自由硫、硒、碲所組成的群組。
9. 如請求項 1 所述之二維材料的製作方法，其中於該薄膜形成步驟中，係以物理氣相沉積形成該薄膜。
10. 如請求項 9 所述之二維材料的製作方法，其中所述物理氣相沉積係於具有該二維材料元素之至少一靶材進行濺鍍或蒸鍍。
11. 如請求項 1 所述之二維材料的製作方法，其中該薄膜的沉積厚度範圍為 0.5nm 至 10 μ m。
12. 如請求項 1 所述之二維材料的製作方法，其中該包覆層的厚度範圍為 5nm 至 10 μ m。
13. 如請求項 1 所述之二維材料的製作方法，其中該包覆層形成步驟包含：
於該薄膜上蒸鍍形成一第一包覆層；以及
於該第一包覆層上以電漿輔助化學氣相沈積形成一第二包覆層；
其中該第二包覆層之密度係高於該第一包覆層。
14. 如請求項 13 所述之二維材料的製作方法，其中該第一包覆層及該第二包覆層係選自由二氧化矽、氮化矽、氧化矽(SiO_x)、氮化矽(SiN_x)、矽、鍺、氧化鋁、二氧化鉛、二氧化鋇、二氧化鈦、五氧化二鉍、氧化鋅、氧化

銦鎵鋅所組成的群組。

15.如請求項 1 所述之二維材料的製作方法，其中，該退火溫度範圍為 300°C 至 1200°C。

16.如請求項 1 所述之二維材料的製作方法，其中該基板係選自由矽、鍺、矽鍺、矽碳、砷化鎵、砷化銦鎵、磷化銦、砷化銦、二氧化矽、氮化矽、藍寶石、氧化鋁、二氧化鉛、二氧化鋇、二氧化鈦、五氧化二鉬、氧化鋅、氧化銦鎵鋅所組成的群組。

17.如請求項 1 所述之二維材料的製作方法，更包含以下步驟：

於退火後以氫氟酸移除該二維材料膜上之該包覆層；以及
將該二維材料膜轉移至另一基板上。

圖式

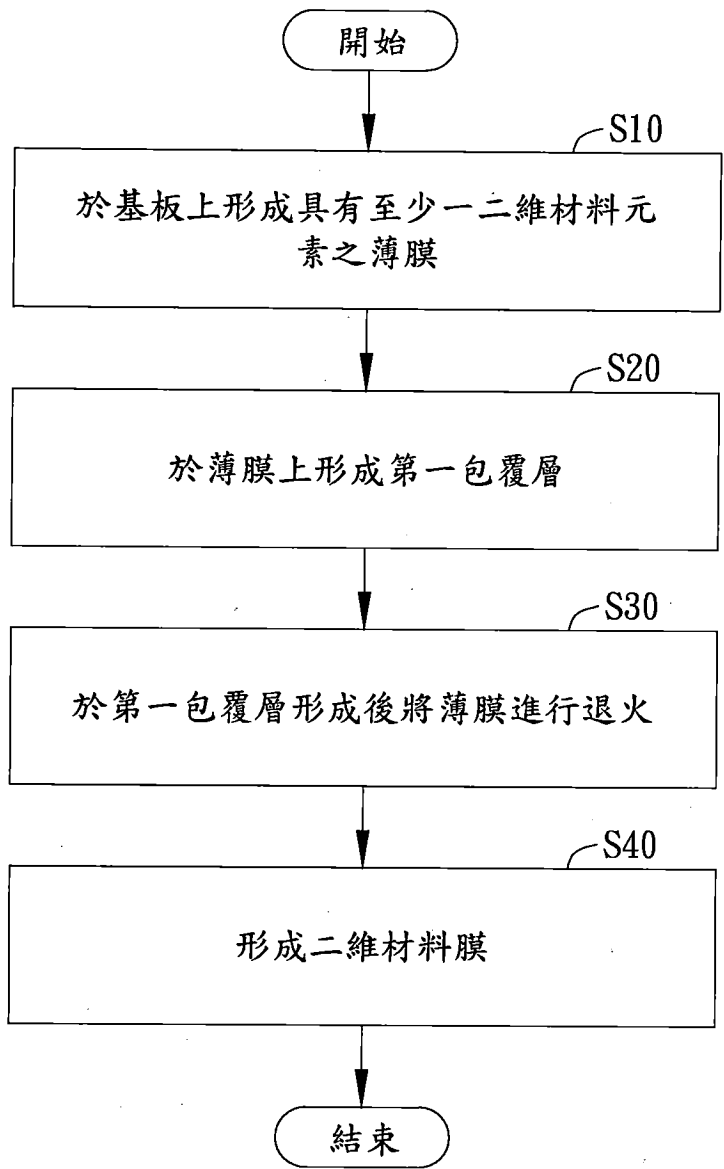


圖 1

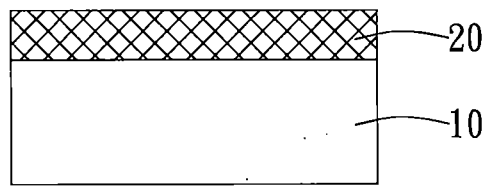


圖 2A

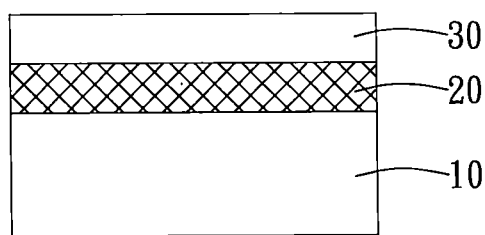


圖 2B

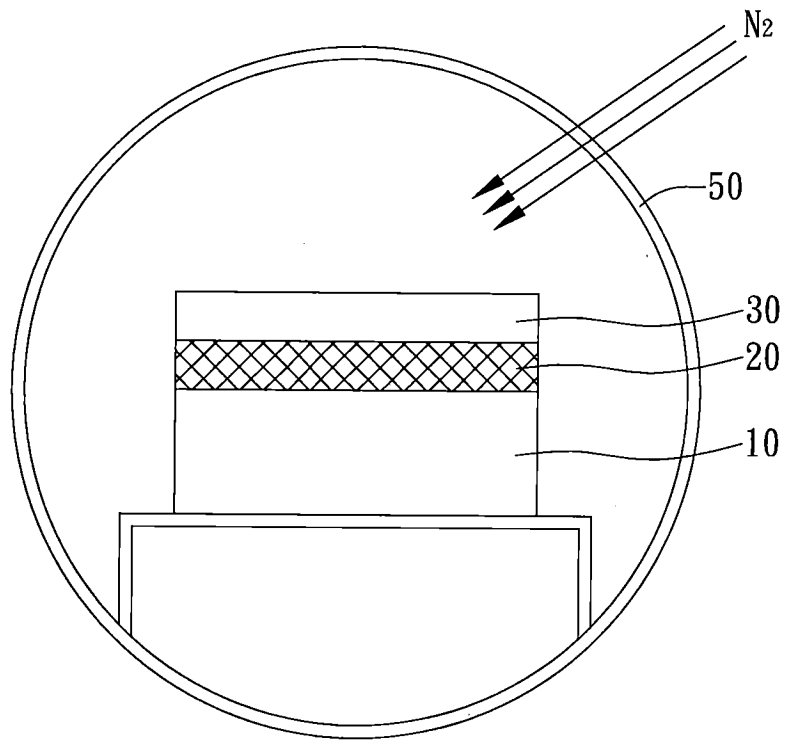


圖 2C

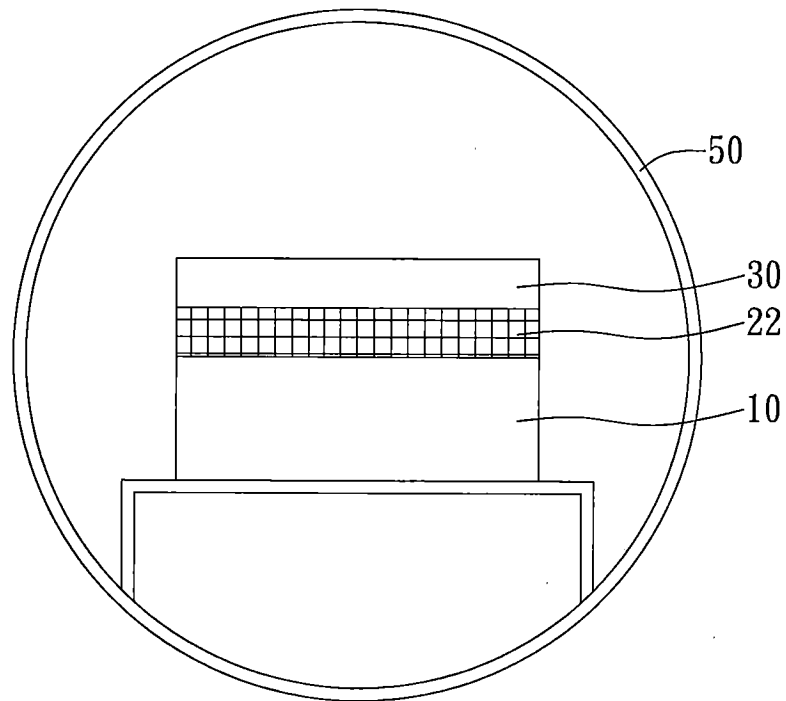


圖 2D

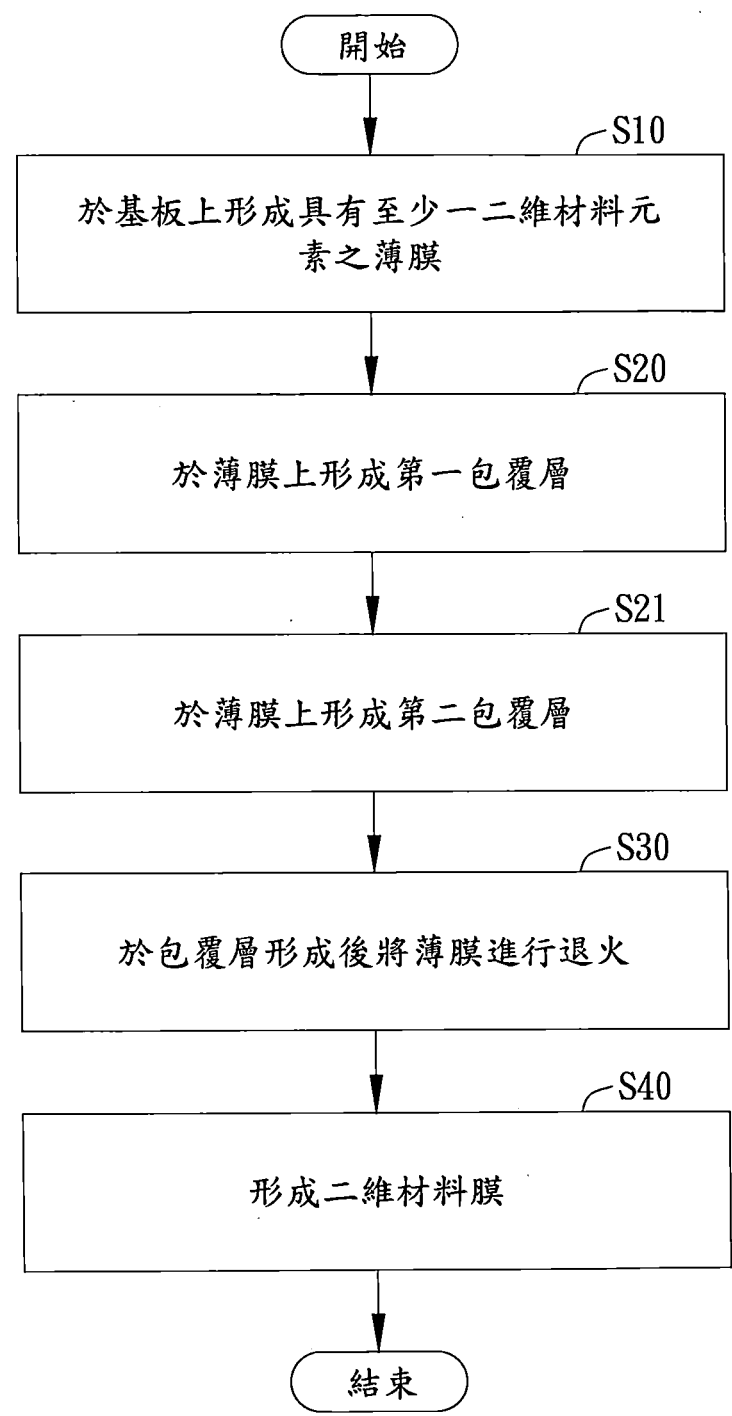


圖 3

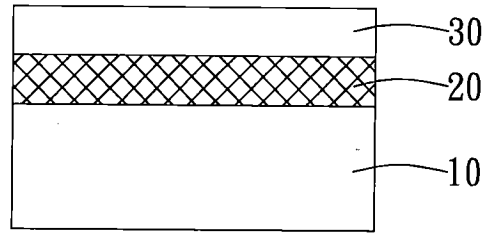


圖 4A

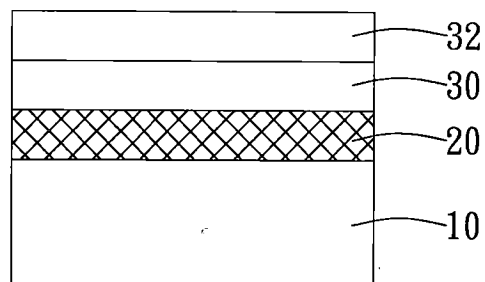


圖 4B

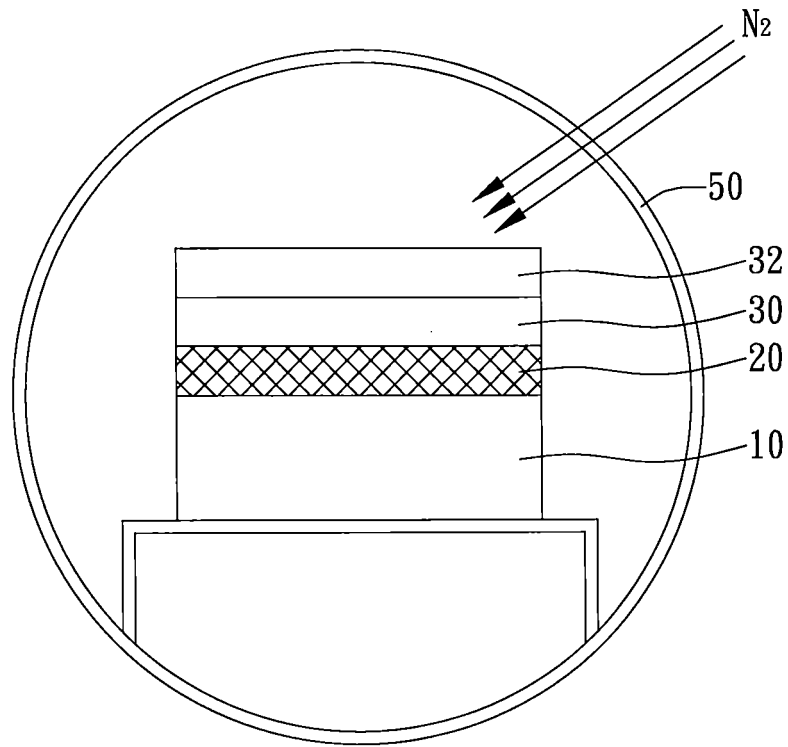


圖 4C

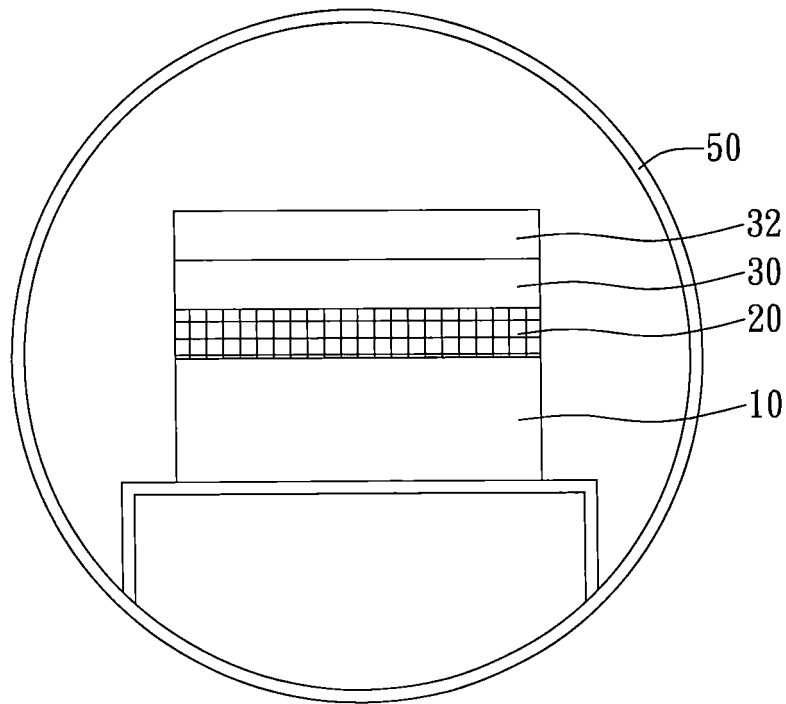


圖 4D

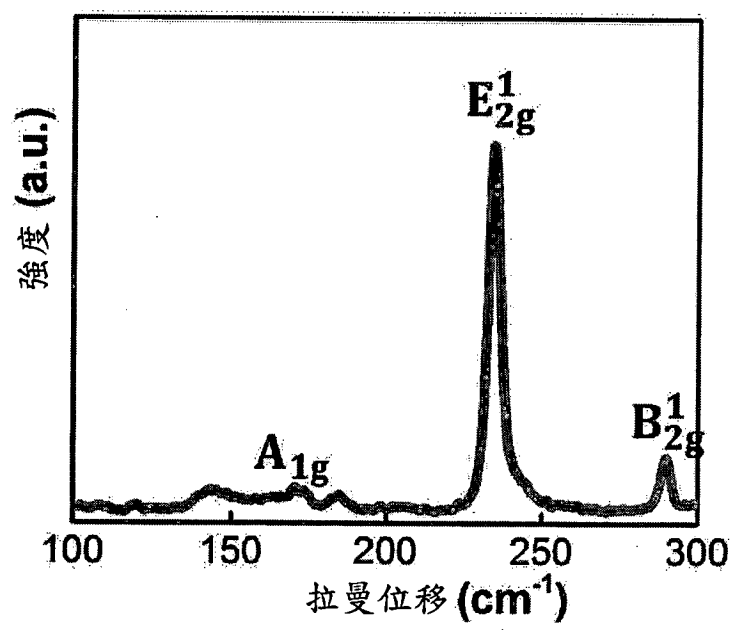


圖 5

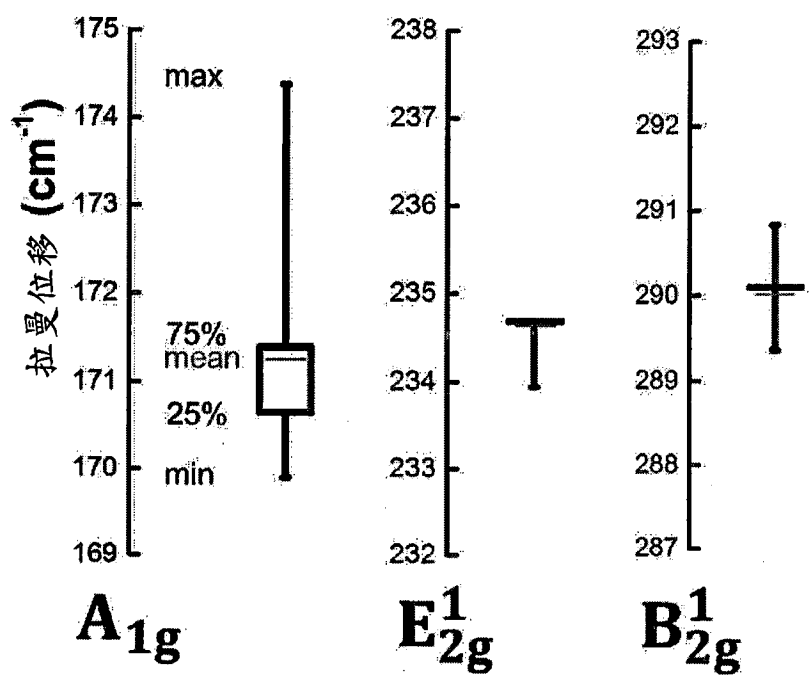


圖 6

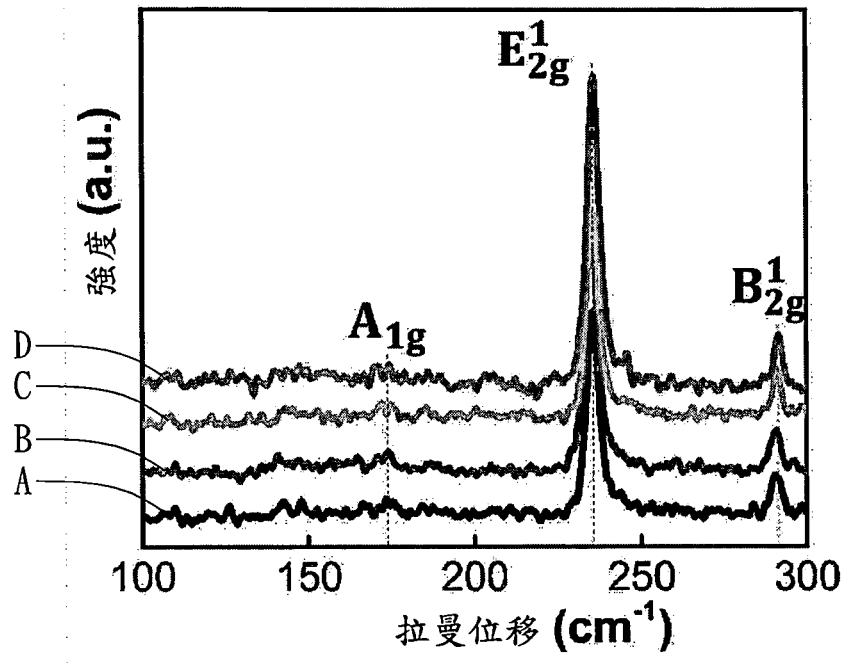


圖 7

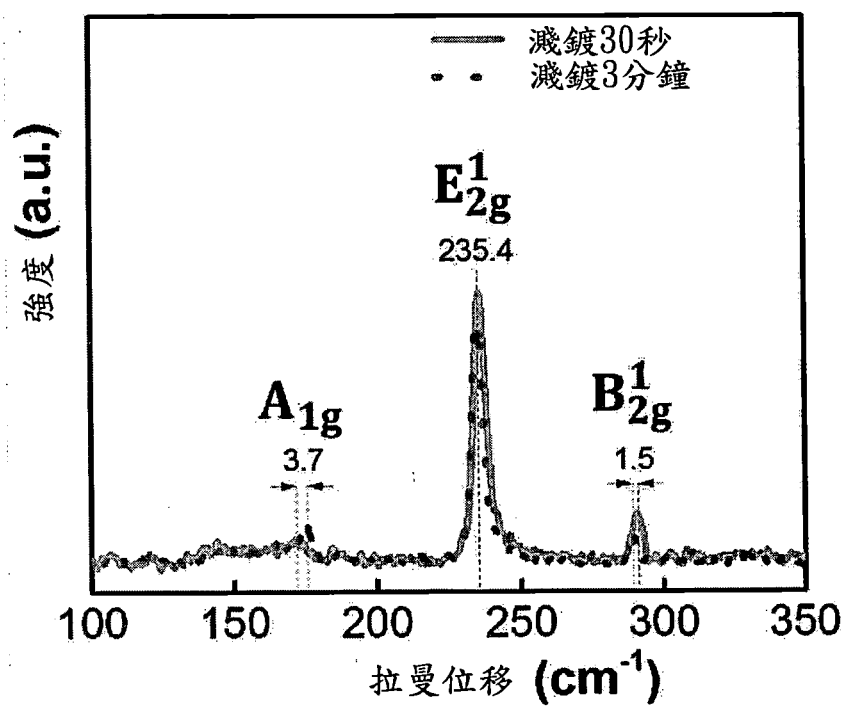


圖 8

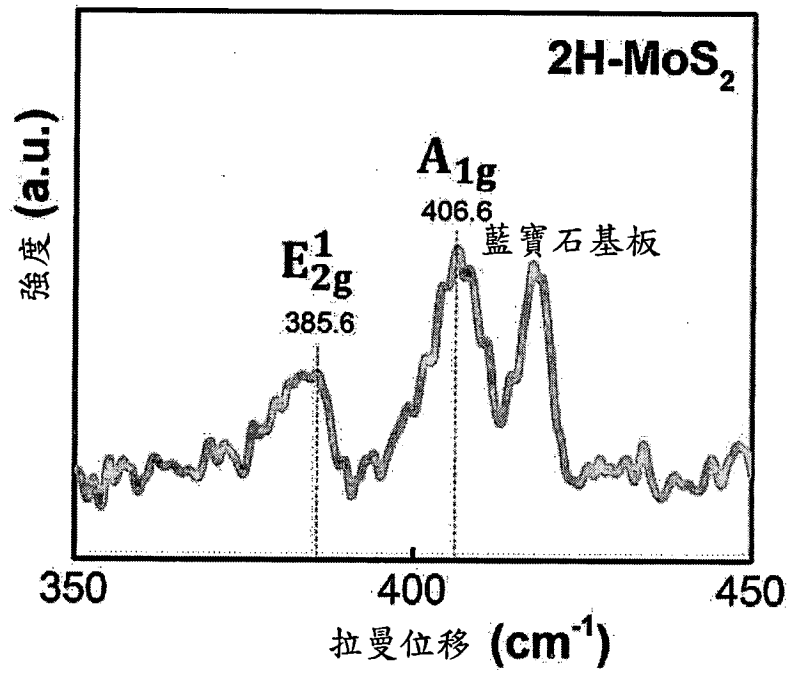


圖 9

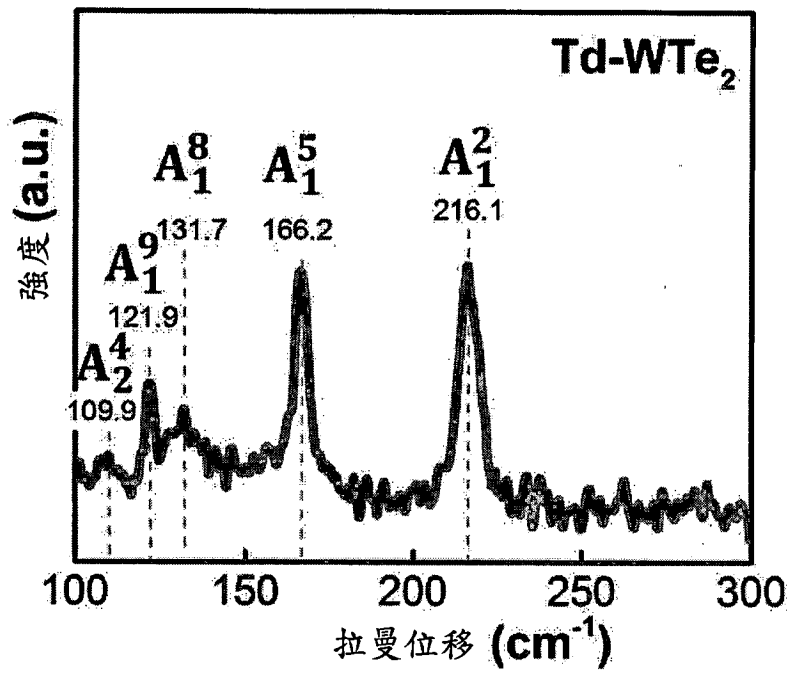


圖 10

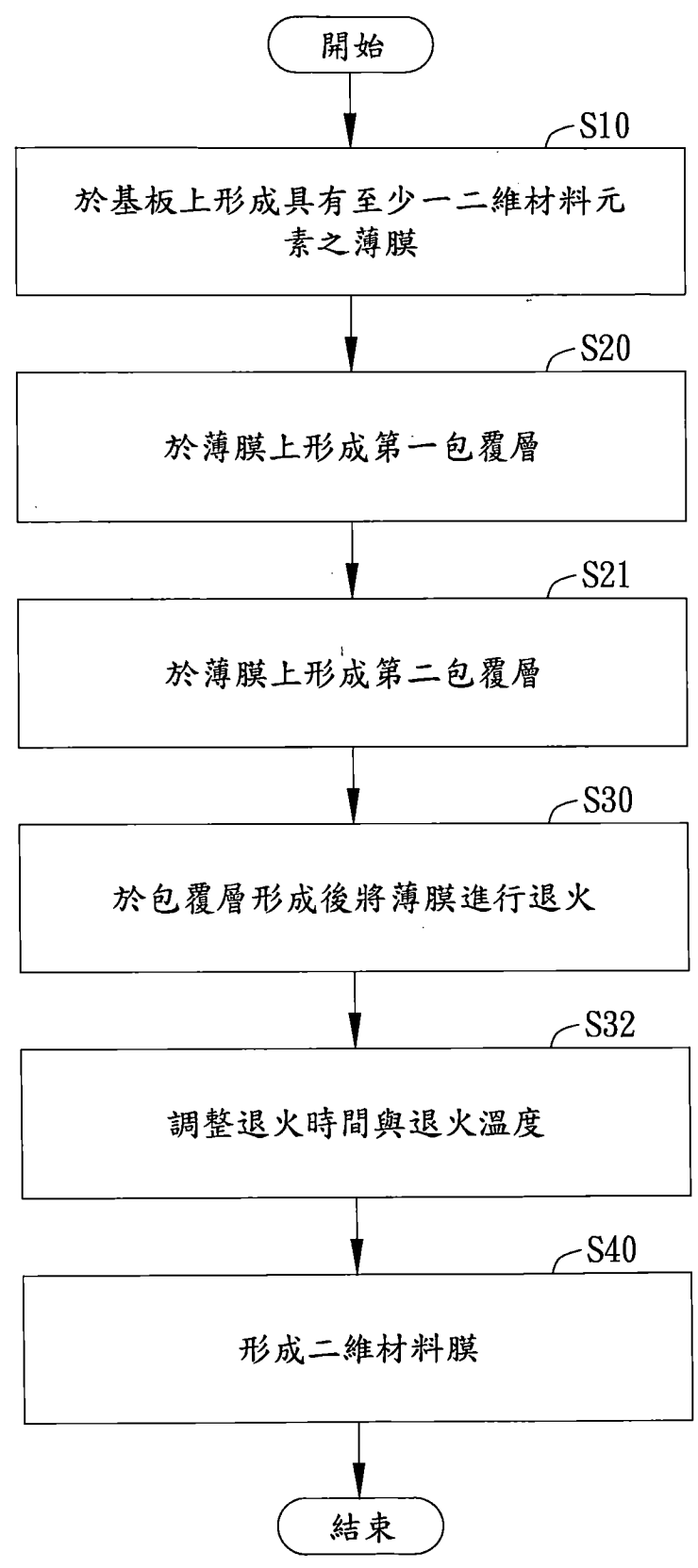


圖 11

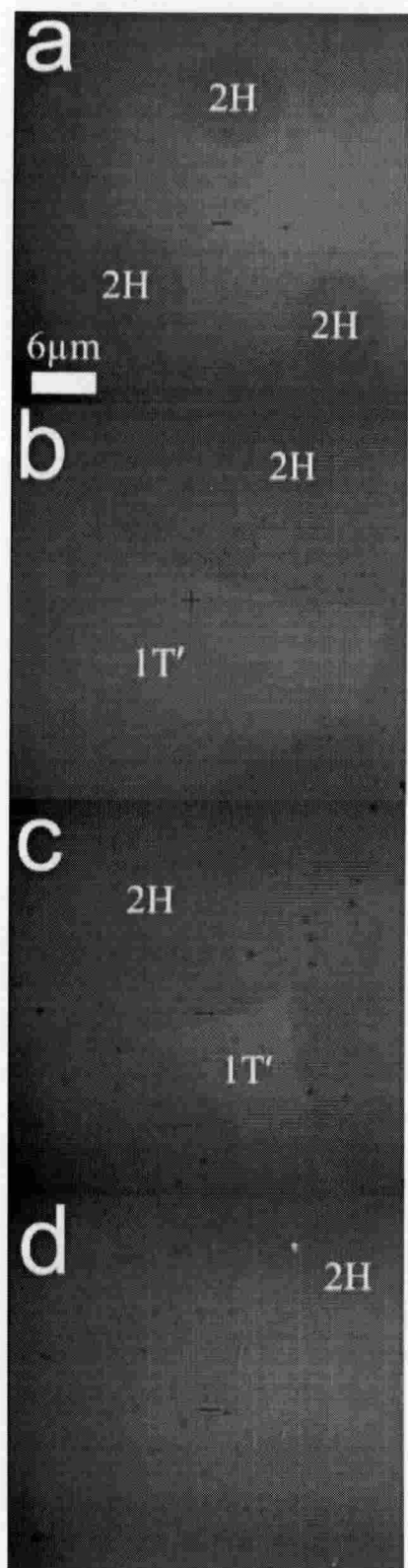


圖 12A

圖 12B

圖 12C

圖 12D

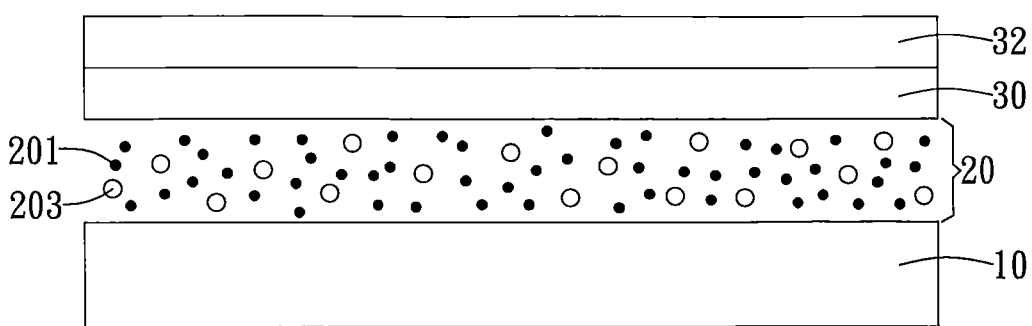


圖 13A

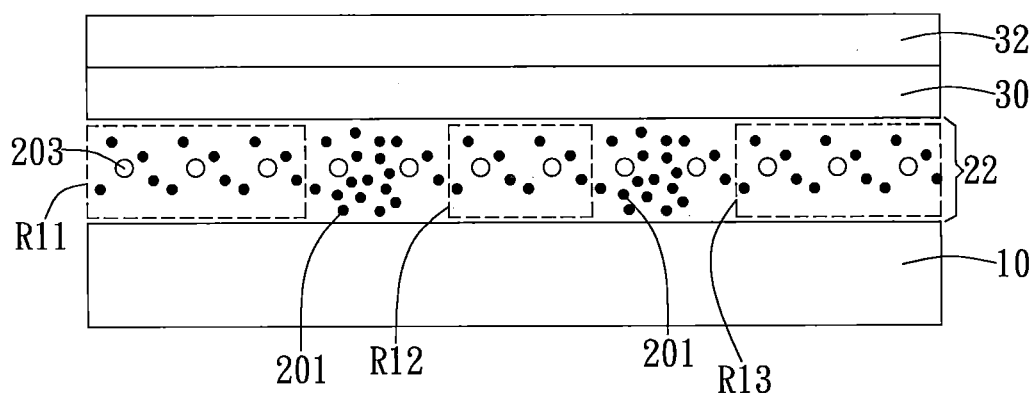


圖 13B

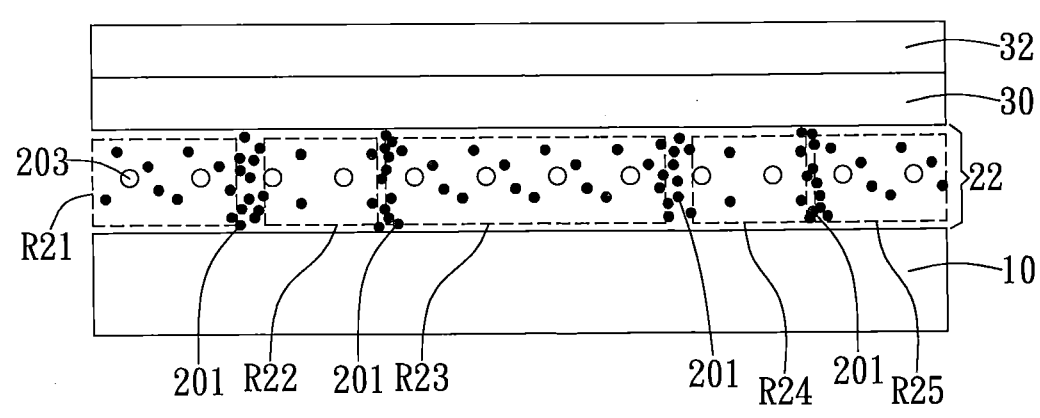


圖 13C

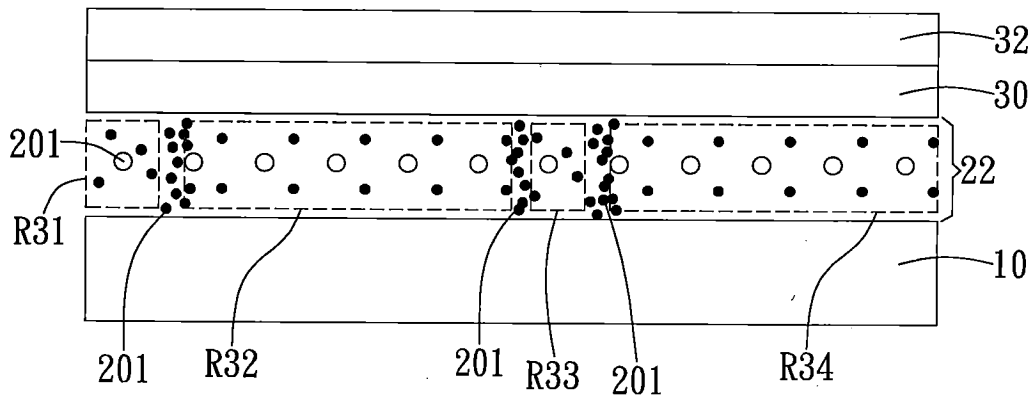


圖 13D

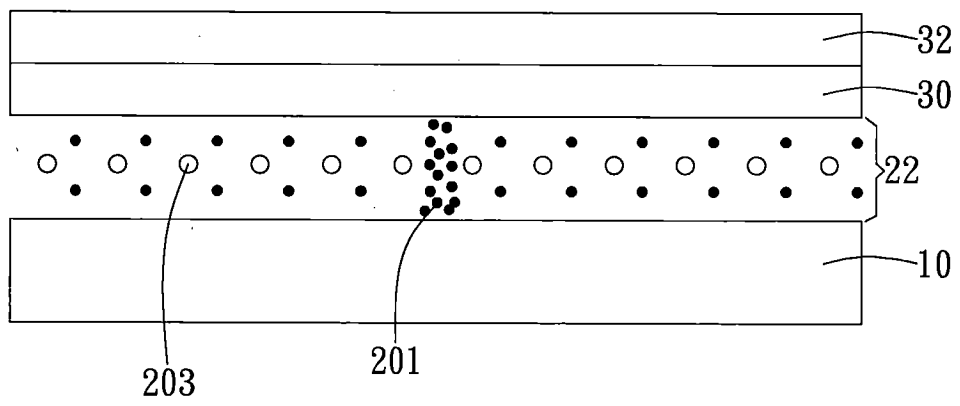


圖 13E

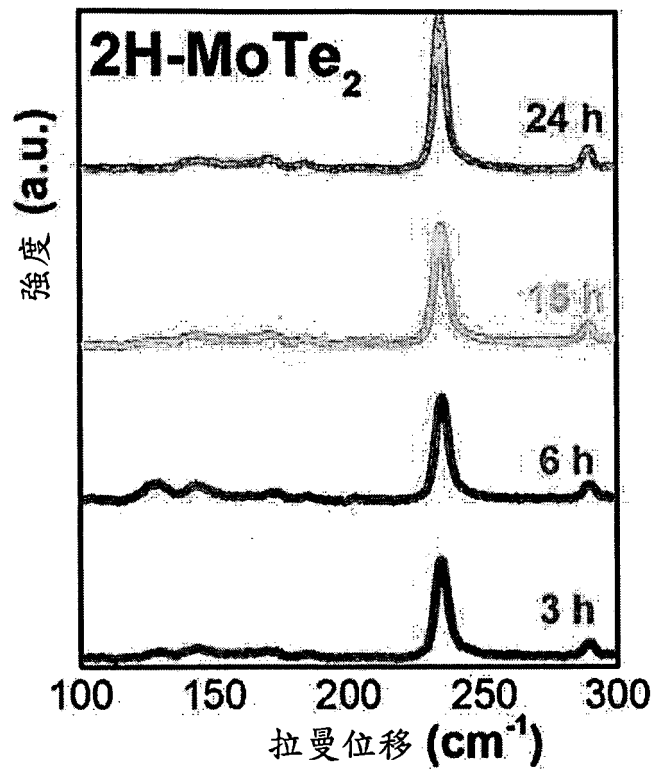


圖 14A

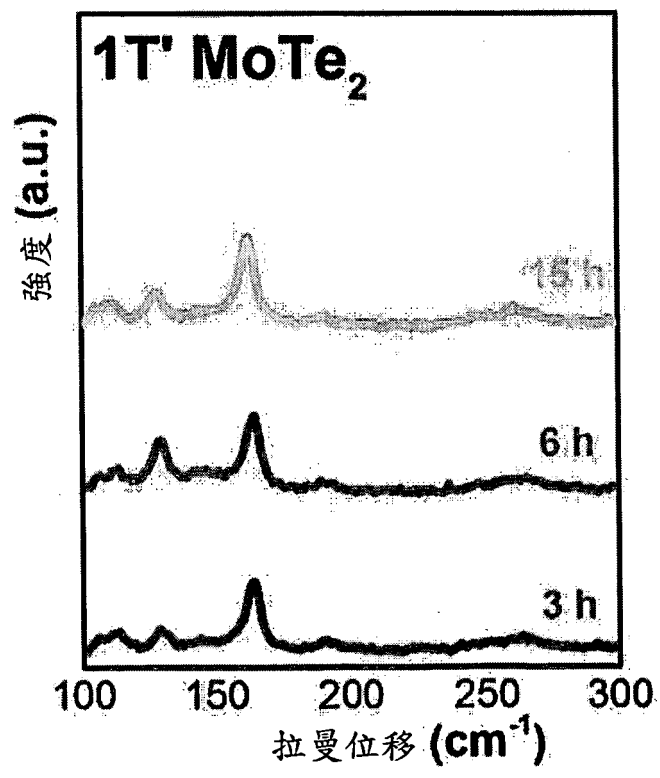


圖 14B

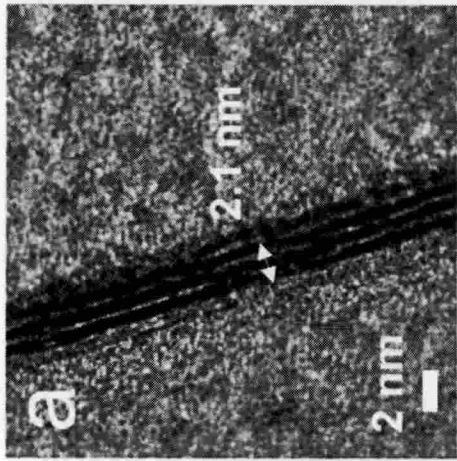


圖 15A

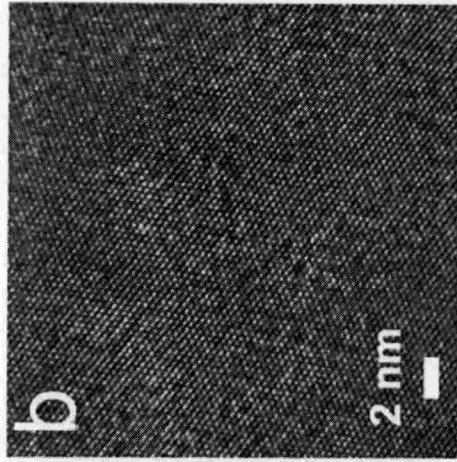


圖 15B

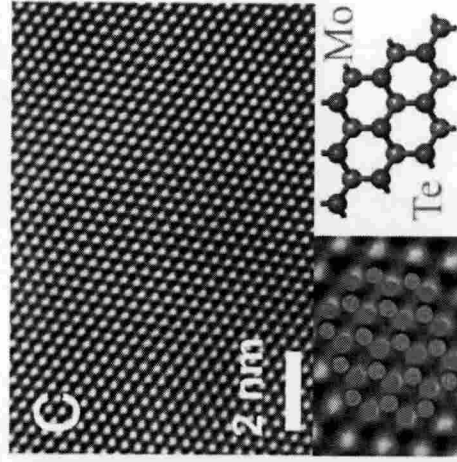


圖 15C

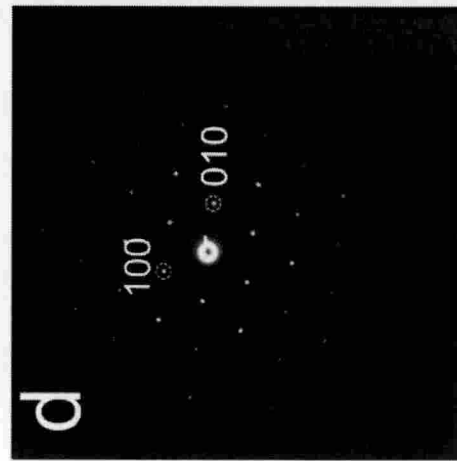


圖 15D

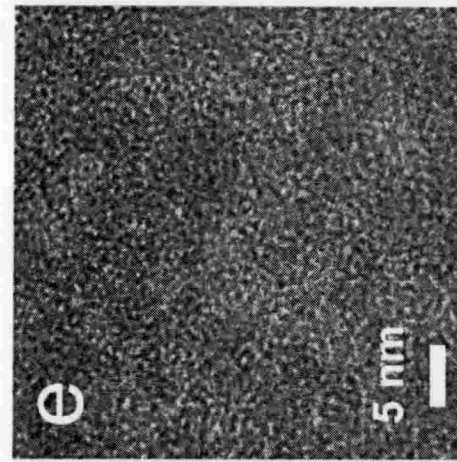


圖 15E

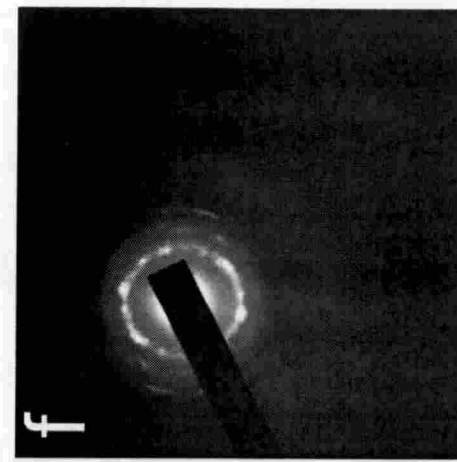


圖 15F

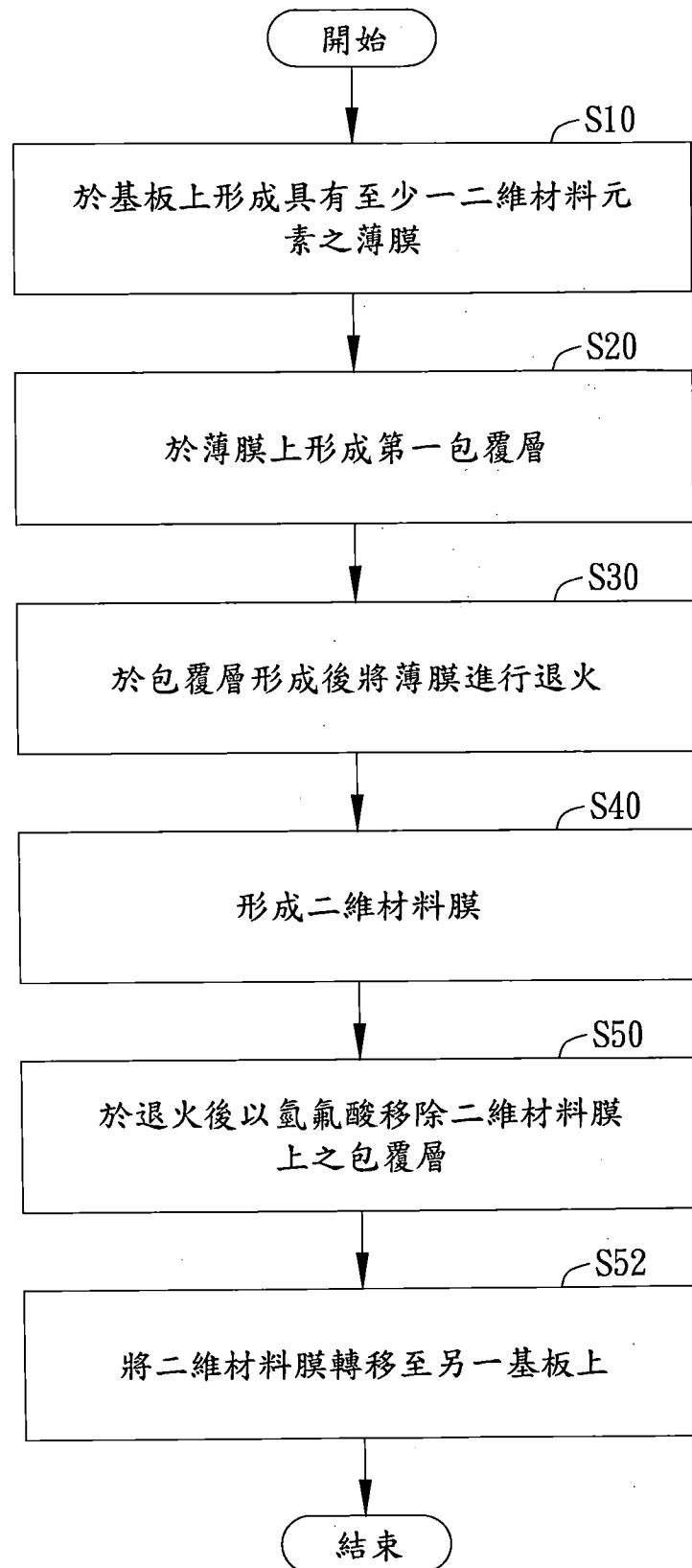


圖 16

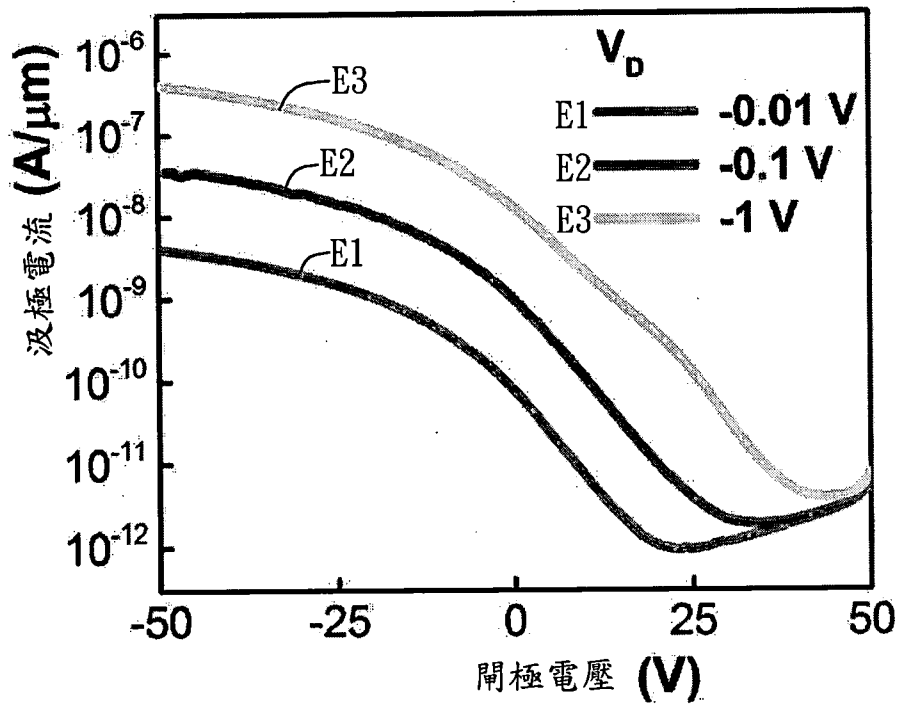


圖 17

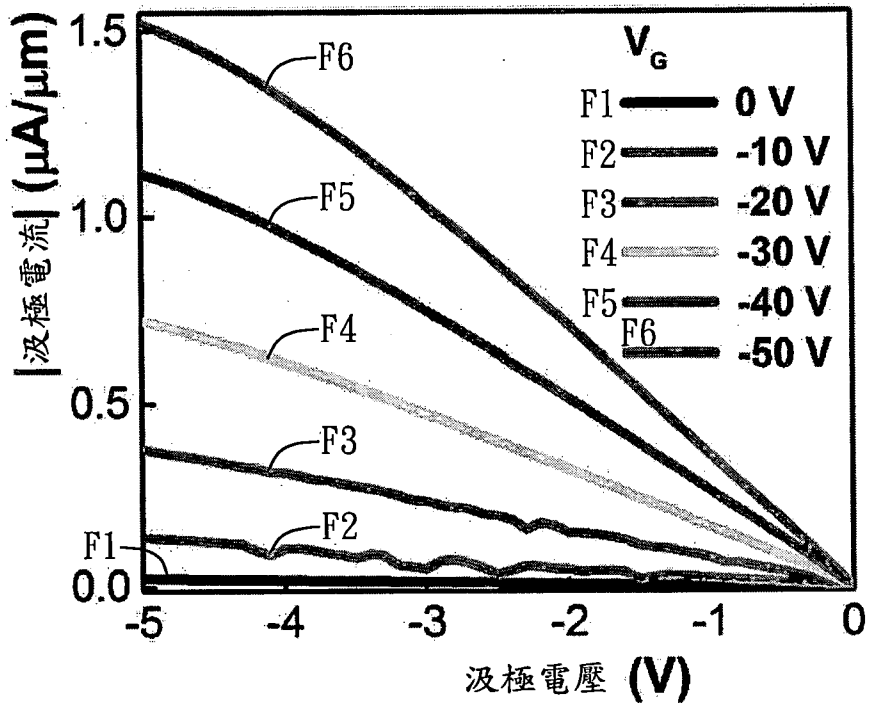


圖 18