

蛍光顕微鏡法を利用した固体基板上 グラフェン膜の簡便な観察法の開発

SATテクノロジー・ショーケース2020

はじめに

グラフェンは、その優れた導電性や伝熱性、耐熱性、化学的安定性、機械的強度などから、透明電極や熱伝導材料、高周波デバイス、電界効果トランジスタなど多岐にわたる応用が期待されている¹⁾。グラフェンの作製法は、グラファイトから粘着テープや超音波処理などにより剥離するトップダウン的手法と、銅などの金属の基板表面に気相供給炭素源を熱分解・吸着させる化学気相蒸着(CVD)法に大別されるが、それらのうちCVD法は透明電極など大面積にわたって均一なグラフェン膜が必要な場合に適した製造方法である。ここで固体基板上にCVD成長した薄いグラフェン膜は、光学顕微鏡での観察が困難なため、一般的にはラマン分光法のマッピング測定(ラマンイメージング法)によって、グラフェンのドメインサイズや形状の評価が行われる。ラマン分光法は、グラフェン膜の層数の情報を与え、さらにはドーピングなどによる化学状態の変化も捉えることができることから非常に有益な手法であるが、測定に長時間が必要であり、装置も非常に高価である。そのためグラフェン成長の研究としては、CVD成長させたグラフェン膜の形状や欠陥の情報を簡便に得ることができる手法の開発が望まれている。本研究は、CVDでグラフェン膜を成膜する際に用いられる固体基板に選択的に吸着する蛍光物質を利用した蛍光顕微鏡法によって、グラフェン膜形状を簡便に観察する手法開発を目指している(Fig. 1(a))。

活動内容

本研究では、第一段階として光学顕微鏡によるグラフェン観察が可能なシリコンウエハ上にグラフェン片を転写して評価を行った。ここでは粘着テープの粘着面にHOPG(Highly oriented pyrolytic graphite)を付着させ、その表面に別の粘着テープを押し当てて引きはがす接着剥離工程を10数回繰り返した後、グラフェンが付着した粘着面をシリコンウエハ基板上に軽く押し当てることによってグラフェンを基板上に転写した。このシリコンウエハ表面を光学顕微鏡で観察したところ、短冊状の構造体が確認された(Fig. 1(b))。次に同試料に対しラマン分光測定を行うと、グラフェンに特有の2Dピーク(2700 cm^{-1})が確認され、そのピーク波数でマッピング測定を行ったところ、Fig. 1(b)で観察されたのと同じ短冊状の構造体が確認された(Fig. 1(c))。

次に、上記と同様に粘着テープを用いた転写法によ

てシリコンウエハ上に作製した試料に対し、蛍光顕微鏡法による観察を試みた。ここでは、グラフェンとは反応せず基板表面を選択的に被覆すると考えられる蛍光物質を選び、それを有機溶媒に溶解した溶液を調製した。グラフェンを転写したシリコン基板をその溶液に浸漬し、引き上げた後に乾燥させ、蛍光顕微鏡で観察すると、グラフェンと考えられる短冊状の領域が暗く、それ以外の部分は明るく観察された(Fig. 1(d))。以上より、蛍光物質を用いた本法によってもグラフェン膜の可視化が可能であることが示された。

現在、基板として銅箔を用い、CVD法によって成膜したグラフェン薄膜についても検討を進めている。脱脂洗浄処理した銅箔を蛍光物質の溶液に浸漬させ、蛍光顕微鏡により観察したところ、蛍光物質が表面を覆っている様子が確認できた。今後、蛍光物質を用いた方法によって、CVDにより銅箔上に作製したグラフェン膜の観察や被覆率の評価に関する検討を進める予定である。

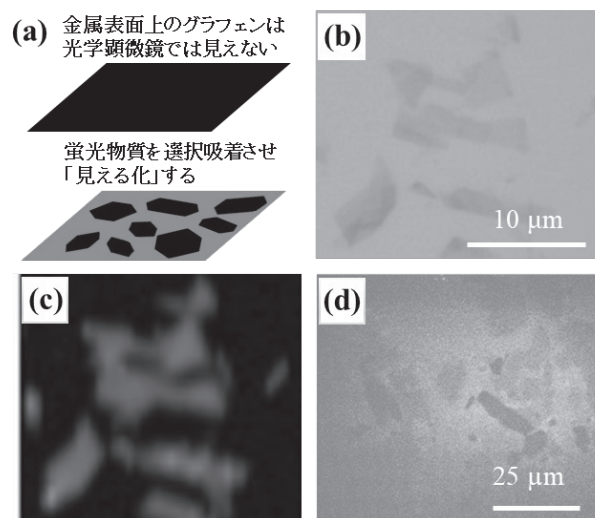


Fig. 1 (a) 蛍光顕微鏡法の概念図。シリコンウエハ上グラフェン片の観察像:(b) 光学顕微鏡、(c) ラマンイメージング、(d) 蛍光物質による溶液処理後の蛍光顕微鏡。

参考文献

- 1) K.S. Novoselov *et al.*, A roadmap for graphene, *Nature*, 490, 192-200 (2012).

■キーワード: (1) グラフェン
(2) 蛍光物質
(3) 化学気相蒸着法

■共同研究者: 飯村兼一(宇都宮大学)
岡田光博(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)

代表発表者 中村 日向(なかむら ひゅうが)
所属 宇都宮大学大学院地域創成科学研究科
産業技術総合研究所ナノ材料研究部門
問合せ先 〒321-8585 栃木県宇都宮市陽東 7-1-2
TEL: 028-689-6158
mc196624@cc.utsunomiya-u.ac.jp