

光学顕微鏡を用いた Pd 箔上グラフェン成長過程のその場観察

In situ observation of graphene growth on a Palladium foil using optical microscope

東大新領域, °加藤 頌, 小幡 誠司, 斉木 幸一郎

Grad. Sch. of Frontier Sciences, The Univ. of Tokyo, °Sho Kato, Seiji Obata, Koichiro Saiki

kato@epi.k.u-tokyo.ac.jp

序) 我々は以前の応用物理学会において、Pd 箔上での析出法により高品質なグラフェンが作製できたことを報告した。[1] しかし、この方法を用いた場合、層数の制御が困難であるという課題がある。層数制御を可能にするためには成長機構を解明することが必須であり、グラフェン成長のその場観察は有用な手段である。今回は酸化グラフェン(GO)/Pd 箔を通電加熱することによりグラフェンを作製し、成長中に光学顕微鏡(OM)を用いたその場観察によりグラフェン析出の撮影に成功したので報告する。

実験方法) Pd 箔 (99.95 %)をアセトン洗浄した後、真空中で 30 分間 900 °Cでアニールし清浄化した。その後 Pd 箔に GO をキャスト法で片面のみに成膜し、溶媒を除去するために 100 °Cで 60 分間、真空中で加熱した。作製した試料を電極に固定した後、 $10^{-5} \sim 10^{-6}$ Pa 程度の真空中で通電加熱し、グラフェンを析出させ、光学顕微鏡を用いてその場観察を行った。

結果) Fig.1 (a), (b), (c) は 1000 °Cで加熱中の試料の裏面(GO をキャストしていない面)のそれぞれ 30 分後、45 分後、60 分後の光学顕微鏡像で、固溶した炭素が Pd 箔中を拡散し裏側から析出してくることがわかる。これらの画像を解析することで、グラフェンの析出が全て Pd のグレイン境界上から起こり、そこを起点としてグラフェンが成長していくことが明らかになった。Fig.1(d) は Fig.1 (c)の円で囲まれた箇所でのラマンスペクトルである。これにより、その場観察で析出したものはグラフェンであることがわかる。また、①で示した単層のものは光源を利用した場合は顕微鏡では確認できない。この欠点を補うため加熱中の Pd およびグラフェンの放射率の違いを利用し、光源を利用しない撮影も行った。

当日は光学観察の動画などを用い、さらに詳しく炭素の析出過程について議論する予定である。

[1] 加藤頌 小幡誠司 斉木幸一郎
秋季第 60 回応用物理学会学術講演会 29p-G12-6 (2013).

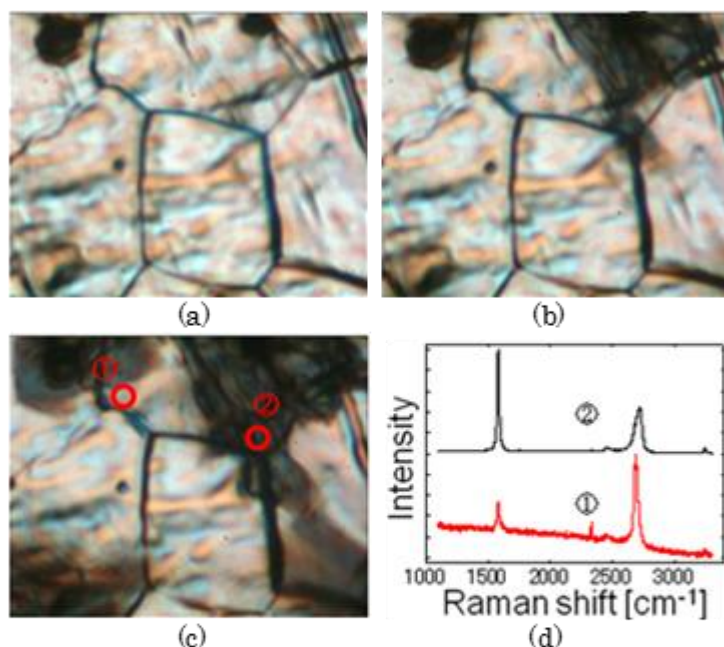


Fig.1 OM images of of graphene grown on the back side Pd foil at 1000 °C (a) after 30 min, (b) 45min, (c) 60min. (d) Raman spectra of single-① and multi-② layer graphenes, corresponding to the positions shown in (c).