

Free-standing グラフェン膜のラマン分光と TEM による層数評価

Analysis of layer number of Free-standing graphene films

using Raman measurement and TEM assessment

○山崎 憲慈、前原 洋祐、中川 佐知子、田中 由紀子、

河田 周二郎、木村 浩一郎、内田 努、郷原 一寿 (北大工)

○Kenji Yamazaki, Yosuke Maehara, Sachiko Nakagawa, Yukiko Tanaka,

Shujiro Kawata, Koichiro Kimura, Tsutomu Uchida, Kazutoshi Gohara (Hokkaido Univ.)

E-mail: k-yamazaki@eng.hokudai.ac.jp

我々はグラフェンが原子一層の物質でありながら高い化学的安定性を有し、水素原子以外の物質が通過出来ないという特徴に着目し、単原子・単分子のイメージング用ナノサポート、量子ビーム用ウィンドウ、バイオ高分子観察用溶液セル等へ応用することを進めている。対象とする試料の分解能低下等を防ぐため、グラフェンは単層グラフェンを用いることが望ましい。本発表では Free-standing なグラフェン膜を作製し、ラマン分光法によって単層グラフェンと評価される領域において透過型電子顕微鏡 (TEM) による構造評価を行った結果、2 層以上のグラフェンの特徴であるモアレ構造が観察されたので、その結果について報告する。

銅箔を酢酸へ浸漬させることで洗浄し、CVD (化学気相成長) 装置によりグラフェンを成長させた。過硫酸アンモニウム水溶液によって銅箔を溶解しカーボン支持膜付き Cu メッシュに転写することで Free-standing のグラフェン膜を作製した。ラマン分光装置 (波長 532nm, スポット径 $1\mu\text{m}$, レーザ出力 0.4mW, in Via Reflex, Renishaw) を用いて単層グラフェンの領域を確認後、TEM (加速電圧 60 kV, Titan Cubed G2 60-300, FEI) による解析を行った。

Fig. 1 にラマン分光測定から判断した単層グラフェン領域における TEM の制限視野像と回折像を示す。2 つの正六角形から構成される回折パターンが得られていることから、制限視野領域は 2 方向の六員環からなるグラフェンが含まれていることがわかる。単層グラフェンの回折像は 1 次のスポット強度が大きいという特徴があるが、制限視野内のグラフェンはそれぞれ単層グラフェンの特徴を有していることがわかった。一方で制限視野内の高分解能観察では複層グラフェンの特徴であるモアレ構造が観察された。このことから六員環の方向の異なる 2 枚のグラフェンは積層構造をとっていることが示唆された。ラマン測定、TEM の回折パターンにおいて単層グラフェンの特徴が得られたのは 2 枚のグラフェンの層間が広く、相互作用の弱い状態で重なっていたからであると考えられる。詳細な高分解能観察結果などは当日報告する。

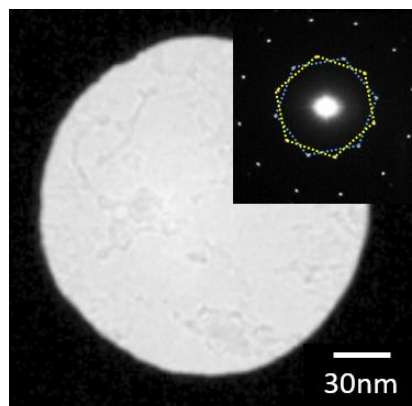


Fig. 1 Bright Field and diffraction TEM images of a Free-standing graphene flim