

ロックイン発熱解析法による大面積グラフェンシートの局所欠陥評価

Lock-in thermal imaging of local defects in large area graphene sheets

¹産総研 ²九大グローバルイノベーションセンター ○中島秀朗¹, 森本崇宏¹, 生田美植¹,
沖川侑揮¹, 山田貴壽¹, 河原憲治², 吾郷浩樹², 岡崎俊也¹

¹AIST, ²GIC Kyushu University ○H. Nakajima¹, T. Morimoto¹, Y. Ikuta¹,

Y. Okigawa¹, T. Yamada¹, K. Kawahara², H. Ago², and T. Okazaki¹

E-mail: nakajima.h@aist.go.jp

【はじめに】化学気相成長法(CVD)によるグラフェン合成技術は大幅な大面積化を可能にしてきた一方、シート内にて形成される様々な局所欠陥によってグラフェン膜自体の電気伝導特性が強く制約されるため、それら欠陥に関する改善策の模索および可視化技術は、双方ともにグラフェン膜の高品質化に向けた重要な課題として研究が盛んに行われている。一般に、欠陥評価法としては走査型ゲート顕微鏡に代表されるような探針プローブ技術が主に用いられているものの、その狭い計測領域ならびに計測時間を鑑みると、大面積シート評価法としての適用は困難である。我々が検討を進めているロックイン発熱解析は、バイアス印加によって生成されるジュール熱を効率良く検出することで、材料内部に介在する微細な欠陥構造が可視化可能な大面積かつ高速・高精度イメージング評価技術であり、これまでカーボンナノチューブ複合材内部での導電パスの可視化といった例証を示してきた¹。今回我々は、本手法を用いた熱 CVD グラフェン膜の構造解析を検討し、大面積シート内に介在する局所欠陥が発熱計測を介して観測されたので報告する。

【実験及び結果】Cu 箔上に熱 CVD 法で合成された単層グラフェン膜(市販品)を石英基板上に転写後、グラフェンのパターニングおよび試料両端に電極(Au/Ni)を形成することで評価試料を作製した。計測では、試料両端の電極間に 25 Hz の交流電圧を印加し、I-V 特性に変化の見られない定常状態条件下において、計測時間 10 分、室温・大気圧下での発熱イメージングを評価した。Figure (a)および(b)は作製された 2 つのグラフェン膜であり、サンプル A, B 間において、二端子計測で評価された巨視的な抵抗値にて僅かな違いは伺えるものの、光学顕微鏡観察では大きな違いは見受けられない。一方、Fig. (c)および(d)に示す発熱イメージング結果では、双方の発熱像に顕著な違いが見られる。試料 A では高発熱を示すピーク構造が多々見られ、またそれらピークが膜全域に渡って不均一な発熱分布を形成しているが、一方 B では顕著な発熱ムラは観測されず、比較的均一な特性を示している。試料 A における高発熱箇所に着目して膜の表面構造を詳細に調べたところ、クラックや皺といった欠陥に由来した発熱ムラである事が示された。また四探針法を用い、膜内の局所的な抵抗値のマッピングを検討したところ、それら欠陥が作る抵抗ムラは、発熱計測で見られた分布ムラと良く整合している結果が得られた。以上の結果は、様々な欠陥により劣化する大面積グラフェン膜の電気伝導特性が、本手法によって評価可能であることを示している。当日は、発熱パターンや発熱機構について、四探針計測結果やドメインバウンダリー欠陥の可視化等と併せて議論する。【参考文献】 [1] 森本崇宏他, 第 64 回春季応物 15p-F203-16 (2017)。

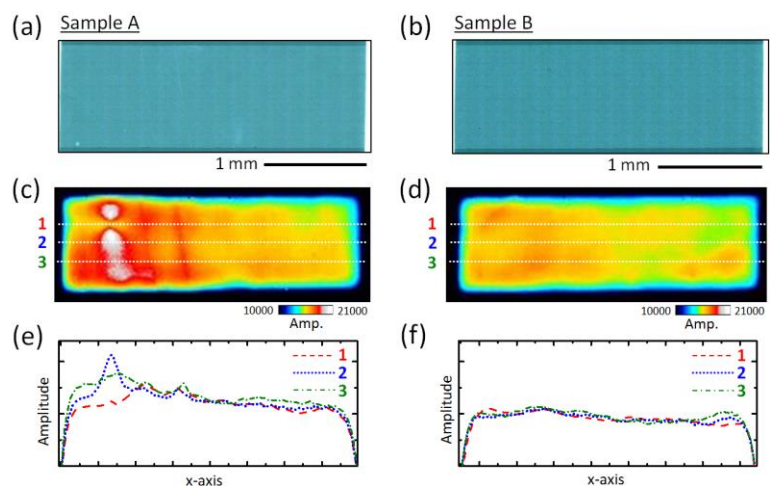


Figure: Lock-in thermal characterization with large area graphene sheets (a), (b) Optical microscope images of two graphene sheets. The resistances for sample A and B are 1350 Ω and 1260 Ω , respectively. (c), (d) Lock-in thermal imaging results with sample A and B, respectively, and lateral line profiles of thermal amplitude are also shown in (e) and (f).