

## CVD-真空接触角測定複合装置の開発及び 合成したグラフェンの濡れ性のその場評価

Development of a combined system for CVD – contact angle measurement with ionic  
liquid: *in situ* wettability characterization of CVD-grown graphene

東北大院工 〇(M2)木下 拓哉, 丸山 伸伍, 松本 祐司

Tohoku Univ. 〇Takuya Kinoshita, Shingo Maruyama, Yuji Matsumoto

E-mail: takuya.kinoshita.s2@dc.tohoku.ac.jp

【緒言】液体の固体表面における濡れ性の定量的な指標である接触角は、大気中で測定されることが多く、気体の吸着や表面の汚染などによって再現性が問題となることがある。極薄のグラフェンを堆積した基板表面の濡れ性は、基板と同じ濡れ性を示す“濡れ性の透過現象”[1]が報告されているが、表面汚染の影響がある可能性も指摘されている[2]。そこで本研究では、我々がこれまで開発してきた、真空中でも揮発しないイオン液体(IL)を接触角プローブ液体として用いた真空接触角測定装置[3,4]をベースに、CVD 装置と直結した CVD-真空接触角測定複合装置を開発し、CVD グラフェンの基板被覆率や大気暴露が、接触角に及ぼす影響について調査した。

【実験方法】Fig. 1 に、今回開発した装置の概図を示す。ゲートバルブを通して接触角測定チャンバーと CVD 用管状炉が直結されており、作製したグラフェンは、大気に暴露することなく接触角測定チャンバーまで搬送可能である。実験には、1000℃で 3 時間アニール処理を行った  $\text{Al}_2\text{O}_3(0001)$  基板に Cu をスパッタして堆積させた基板を用いた。Ar+ $\text{H}_2$  フロー中で  $\text{CH}_4$  を炭素源とした CVD 法によってグラフェンを合成し、その後真空引き、もしくは大気暴露した後真空引きし、IL(1-ethyl-3-methylimidazolium bis(trifluoromethylsulfonyl) amide) : [emim][TFSA]を滴下して接触角を測定した。

【結果と考察】Fig.2 に、測定された接触角の値を示す。まず、Cu 上(0 分)では大気暴露によって接触角が約 0° から 16.9° まで大きく増加した。これは大気暴露による Cu 表面の酸化や汚染が要因と考えられる。一方グラフェン製膜後は、接触角は増大し、大気暴露の影響は大きくは確認されなかった。この結果から、Cu 上の CVD グラフェンはイオン液体に対して濡れ透過性を示さないこと、グラフェン上におけるイオン液体の濡れ性に及ぼす大気暴露の影響は小さい可能性が示唆された。

【参考】[1] J. Rafiee *et al.*, *Nat. Mater.* **11**, 217-222 (2012). [2] Z. Li *et al.*, *Nat. Mater.* **12**, 925–931 (2013). [3] S. Maruyama *et al.*, *J. Phys. Chem. C*, **31**, 17755-17761 (2015). [4] T. Kinoshita *et al.*, *J. Phys. Chem. C*, **122**, 8390-8395 (2018).

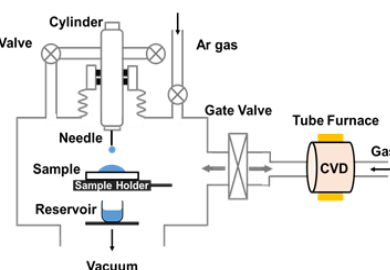


Fig.1 Scheme of a CVD-  
contact angle measurement

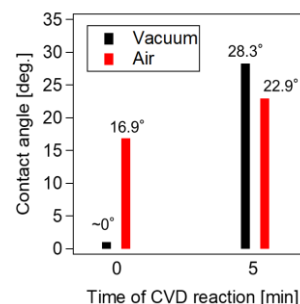


Fig.2 IL contact angles for bare Cu and graphene with and without air exposure.