

In-situ 電気伝導度測定を用いた酸化グラフェン還元過程の解析Ⅲ

Investigation of reduction process of graphene oxide by *in-situ* electrical conductivity measurement Ⅲ

東大新領域 [○]篠原 拓也, 小幡 誠司, 斉木 幸一郎

Grad. Sch. Frontier Sci., The Univ. of Tokyo., [○]Takuya Shinohara, Seiji Obata, Koichiro Saiki

E-mail : 3926258227@edu.k.u-tokyo.ac.jp

【緒言】 近年、簡便で化学的に大量合成が可能な酸化グラフェン (GO) を、グラフェンに還元する研究が盛んに行われている。しかし、還元処理に ~ 1000 °Cの熱が必要なこと、詳細な還元過程が不明なことが課題であった。前回我々は、メタン雰囲気中の熱処理での還元において、基板加熱の制御 (赤外線ヒーター) と還元に必要な活性種の生成 (タングステン (W) フィラメント) を独立して行える系を構築して低温化を試みた。その結果、基板温度 580 °Cで著しいグラフェン化の観察に成功した^[1]。さらに W フィラメント温度に依存して還元時間が大きく異なる事が分かった。今回は、W フィラメント温度を固定し、各基板温度 (530、480、580 °C) での還元実験を試みた。

【実験】 試料は、SiO₂(300 nm)/Si 基板上に改良 Hummers 法で合成した GO 溶液を塗布し、金を 20 nm 蒸着後、光学顕微鏡で金に架橋している単層の GO とした。この試料に配線を施し、*In-situ* 電気伝導度測定を行なった。実験では、前処理として各温度で真空中、及びメタン雰囲気中で熱処理を行ない伝導度が十分に飽和した後、W フィラメントに通電 (温度: 2000 °C) した。

【結果】 図1は、各基板温度での W フィラメント通電直後の伝導度の時間変化である。全ての温度で、通電開始後に劇的な伝導度の上昇が確認された。還元速度は温度に依存して大きく異なった。その要因として、基板温度の上昇が還元修復を活性化させているためと考えられる。図2は、基板温度 T (K) と対応する修復時間の時定数 τ (sec) をアレニウスプロットしたグラフである。ここから計算した活性化エネルギー E_{act} は、0.934 eV であった。CVD 法での Cu 上のグラフェンの値 (2.7 eV^[2]) と比べると低く、より低温でのグラフェン化を可能にしたと考えられる。

[1] 篠原拓也, 小幡誠司, 斉木幸一郎: 応用物理学会秋季学術講演会, 2017, 8a-C16-3

[2] T.Terasawa and K.Saiki, *Nat. Commun.* **6**, 6834 (2015).

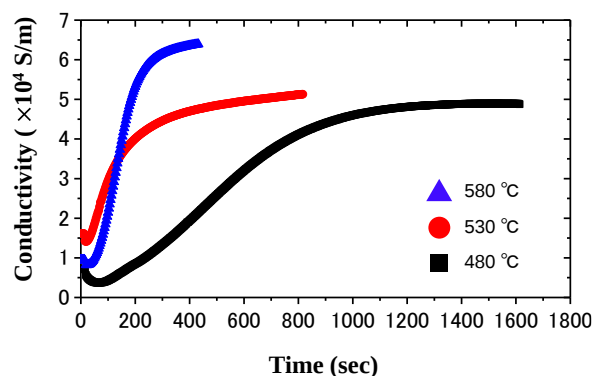


Fig 1. Conductivity change of GO during the heating in CH₄ at various temperatures.

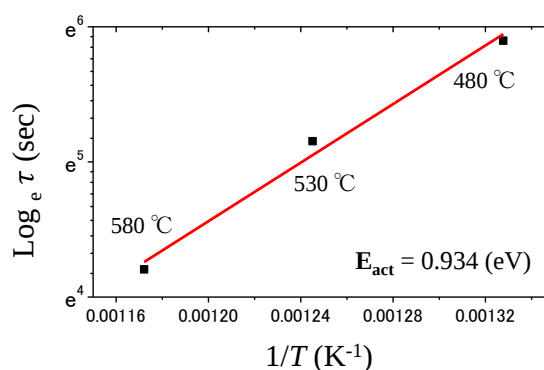


Fig 2. Time constant τ vs inverse substrate temperature $1/T$.