



ナノカーボン材料の構造解析

根岸 良太¹、伊藤 孝寛²、渡辺 義夫³、小林 慶裕¹
Ryota Negishi¹, Takahiro Ito², Yoshio Watanabe³, Yoshihiro Kobayashi¹

¹大阪大学大学院工学研究科、²名古屋大学大学院工学研究科、
³あいちシンクロトロン光センター

¹Graduate School of Engineering Osaka University, ²Synchrotron Radiation Research Center Nagoya University, ³Aichi Synchrotron Radiation Center

1. 測定実施日

平成26年6月27日 10時 – 18時30分（2シフト）, BL7U

2. 概要

安価に大量合成可能な酸化グラフェンは、インクジェット法などにより簡便に絶縁基板上へ塗布することが可能であることから、酸化グラフェン薄膜をチャネルとした電界効果トランジスタアレー構造の構築や、センサー応用に関する研究に注目が集められている。これまで我々は、電子デバイス応用に必須となる還元や酸化過程で生成したグラフェン欠陥構造の修復が、エタノールを用いた気相化学成長条件のもと効果的に進行し、エタノール還元した酸化グラフェン薄膜をチャネルとした電界効果トランジスタの移動度向上や、電気伝導機構がバンドライクな伝導を示すことを見出してきた。そこで本実験では、超軟X線 XAFS 測定によりエタノール還元した酸化グラフェン薄膜の電子構造を観察することにより電気特性向上要因の解明を目的とする。

3. 背景と研究目的

近年、疾患の早期発見や術後経過診断において、医療機関や在宅で簡便かつ迅速に利用できるバイオセンサーの開発が望まれている。電界効果トランジスタをトランスデューサーとして利用したバイオセンサーでは、集積プロセスの適応により低コストでマイクロチップ化した素子を容易に作製できるため、簡

便かつ迅速診断が求められる POCT (Point Of Care Testing) 分野への実用化が期待されている。このようなセンサー感度の支配要因は、チャンネル材料の電気特性となるため、優れたキャリア移動度や高い電気伝導度を有するナノカーボン材料による、高感度センサー開発が活発に進められている。特に、安価に大量合成可能な酸化グラフェンは、インクジェット法などにより、簡便に絶縁基板上へ塗布することが可能であることから、バイオセンサーへの応用が注目されている[1]。絶縁体である酸化グラフェンの電子デバイス応用へは、還元が必須となる。これまで我々のグループでは、エタノールを炭素源とした活性ガス雰囲気加熱を還元過程に導入することにより、キャリア移動度などの電気伝導特性が飛躍的に向上することを見出してきた[2]。本研究では、このような電気特性向上要因を明らかにするため、エタノール還元した酸化グラフェン薄膜の電子構造の解明を目的としている。本課題では、その予備検討実験として一般的な不活性ガス雰囲気での還元処理により作製した酸化グラフェン薄膜に対して XAFS 測定を試みた。

4. 実験内容

短冊状の水晶基板 (4 mm × 8 mm) 上に単層酸化グラフェン分散液 (Graphene Laboratories Inc.) を塗布することにより薄膜を作製した。酸化グラフェン薄膜の還元では、気相化学成長装置を用いて不活性ガス (Ar/H₂) 雰囲気下で加熱処理により 1130 °C、~250 Pa の条件で行った。作製した試料を真空装置へ搬入し、あいちシンクロトロン光センターBL7Uにて、カーボンの K 端の X 線吸収スペクトルを観察した。

5. 結果および考察

Fig.1 に、不活性ガス雰囲気での加熱還元処理をした酸化グラフェン薄膜および、比較のため完全結晶である HOPG (Highly Oriented Pyrolytic Graphite) からの XAFS スペクトルを示す。HOPG および還元処理後の酸化グラフェン薄膜から観察された XAFS スペクトルでは、~285 eV と ~292.5 eV 付近にピークが観察されており、それぞれ反結合 π^* 軌道と反結合 σ^* 軌道に対応している。HOPG と比較して還元処理後の酸化グラフェン薄膜は、これら反結合軌道に由来したピーク強度が減少しており、電子系が乱れているこ

とが分かる。一方、283 eV 以下にピークが観察されている。これはサンプル由来ではなく相対強度測定評価に用いる金メッシュのカーボンによる汚染に起因していると考えられる。これにより、吸着スペクトルのベースラインを正確に書くことは困難であった。以上の結果から、本手法は酸化グラフェン薄膜の非占有状態を観察するのに非常に有効であることが分かった。その一方で、メッシュのコンタミ除去が今後の課題である。

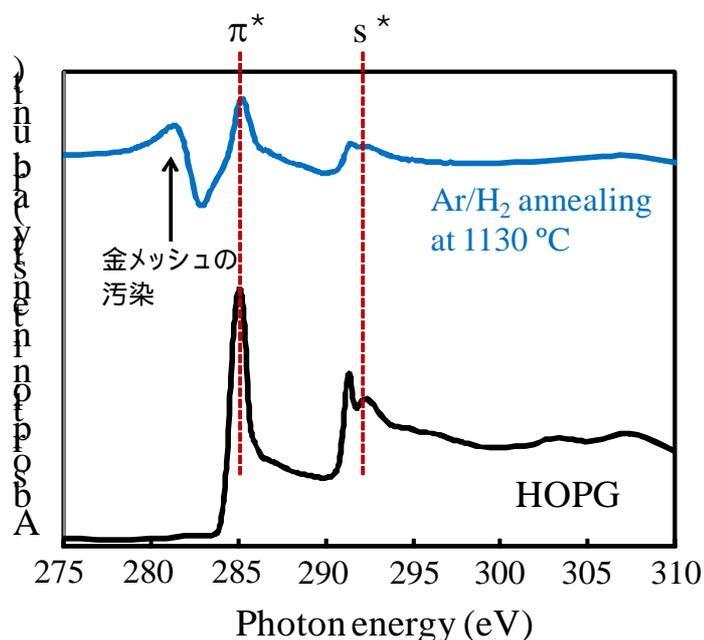


Fig. 1 Carbon K edge XAFS spectra observed from graphene oxide films prepared by thermal annealing in inert gas.

6. 今後の課題

吸収スペクトル強度の正確な評価には、正確なベースラインを取得する必要があり、金メッシュの汚染除去が今後の課題である。

7. 参考文献

- [1] G. Eda, et al., *Nat. Nanotechnol.*, **3** (2008) 270.
- [2] R. Negishi and Y. Kobayashi, *Appl. Phys. Lett.*, **105** (2015) 253502.