

# 酸化グラフェンの光還元とその特性解析

大学院自然科学研究科 前期課程・JST, CREST 渡辺裕祐  
" 立石光  
" 畠山一翔  
" 天野聡  
" 助教・JST, CREST 谷口貴章  
" 講師・JST, CREST 鯉沼陸央  
九州大学 大学院工学研究院 准教授 伊田進太郎  
" 教授・JST, CREST 松本泰道

## 1. 目的

グラフェンは、量子ホール効果などの異常な物理特性を持っている。グラフェンの作製にはいくつかの手法が報告されており、その中でも酸化グラファイトを経由した方法は、簡単・安価に大きなサイズのグラフェンを作製出来る可能性がある。酸化グラフェン(GO)の導電性は低く、実際に電気デバイスとして使用するためには導電性を上げるために還元しなければならない。GO の還元方法はヒドラジン処理、加熱処理を利用するものが報告されている。だが、ヒドラジン処理ではN ドープされてしまい、加熱処理では特別な装置が必要である。本研究では、UV 光照射でのGO の光還元を検討した。光還元は室温で行うことができ、溶液でも可能である。さらにGO、光還元後のGO(rGO)の特性解析も行った。

## 2. 方法

NaNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, KMnO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> を使い、Hummers 法でグラファイト粉末を酸化した。生成物を数回純粋で洗浄、乾燥後、純粋に 1.2 mg/mL の濃度で加え 2 時間超音波を照射した。遠心分離後、上澄み液をナノシート溶液とした。作製した溶液を基板に滴下、乾燥後光還元を行った。光還元時は H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub> 通気下で行った。特性解析として AFM、Raman を、還元度合いの評価として XPS を測定した。

基板に TEM グリッド上から光を照射し、FE-SEM でフォトパターニングを観察した。また、光還元前後での縦方向の導電性を C-AFM で、横方向の導電性をくし型電極で測定した。rGO をろ過し、SQUID により磁性の測定も行った。

## 3. 結果および検討

AFM より光還元後でシート 1 枚厚さが減少していた。これは酸化処理でシート表面にできた酸素官能基(C-O-C、C-OH など)が分解されたためだと考えられる。Raman の結果より、光還元するとわずかだが sp<sup>2</sup> 結合性が増加していた。C1s の XPS スペクトルから UV 光照射によって C-O-C、C-OH の酸素官能基が著しく減少することが分かった。これは AFM の結果と一致している。

滴下によって基板の上に析出させた GO 膜をマイクロメートル間隔のグリッドを用いて光還元によるパターニングを行った。露光部では、光還元で導電性が向上したことによって二次電子が強く反射したため FE-SEM でグリッド模様が確認できた。この結果は光還元によりマイクロスケールのパターニングが可能であることを示している。また SQUID の測定より、GO はヒステリシスを示した。

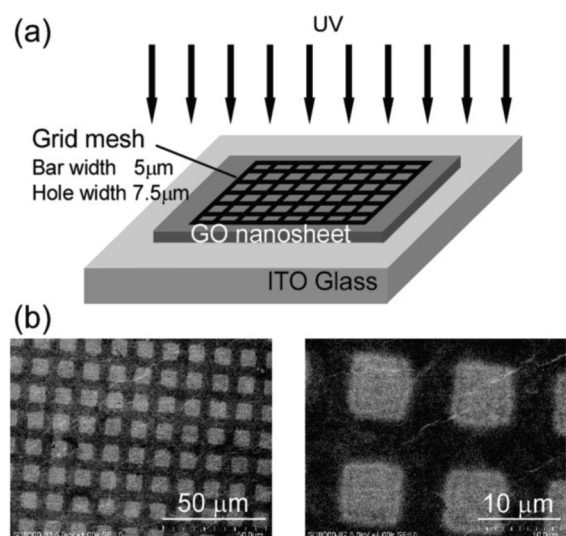


Fig. 1 GO のフォトパターニング (a)フォトパターニングの概略図 (b) H<sub>2</sub> 中で 1h 光還元を行った時の FE-SEM 像