

課題番号 : F-13-AT-0030
利用形態 : 技術代行
利用課題名(日本語) : TEM 観察試料の作製
Program Title (English) : Sample preparation for TEM observation
利用者名(日本語) : 土屋 敬志
Username (English) : T. Tsuchiya
所属名(日本語) : 物質・材料研究機構
Affiliation (English) : National institute for materials science

1. 概要 (Summary)

近年、非常に高い電子移動度を初めとした様々な物性の応用の観点から、グラフェン、及びその酸化物である酸化グラフェンが注目されている。デバイスへの本格的な発展に向けては種々の電極、絶縁膜等と積層化されるため、その界面特性が重要となる。本研究ではスピコート法により成膜した酸化グラフェン薄膜と酸化物薄膜界面近傍の微細構造の観察を目的としている。本課題では酸化物薄膜として Y ドープ ZrO_2 (YSZ) 薄膜を選択し、TEM 観察試料の作製を行った。

2. 実験 (Experimental)

合成石英基板上に単層の酸化グラフェンシート水溶液を滴下し、スピコート法により約 4 nm 程の酸化グラフェン薄膜を成膜した。さらにパルスレーザー堆積法(PLD)を用いて YSZ 薄膜を成膜した。TEM 観察試料の作製は収束イオンビーム(Focus ion beam, FIB)を用いたマイクロサンプリング法で行った。導電性を担保するために Pt コートを施し、さらに保護層として部分的に W コートを施した。

3. 結果と考察 (Results and Discussion)

マイクロサンプリング中の断面図を Fig.1 (a)に示す。酸化グラフェン層は非常に薄いため確認が難しいものの、数 100 nm 程度の YSZ 薄膜のポーラス状の組織が明瞭に観察出来る。FIBの微細加工によりさらに薄膜化した試料の断面図を Fig.1 (b)に示す。当初は高電圧加工を行い、100 nm 近傍まで薄膜化した後に低電圧でさらに加工を行って厚さ約 60 nm まで薄膜化することが出来た。しかし、YSZ 薄膜部分の応力に起因すると思われる試料のたわみが生じたため、さらなる薄膜化は困難であった。

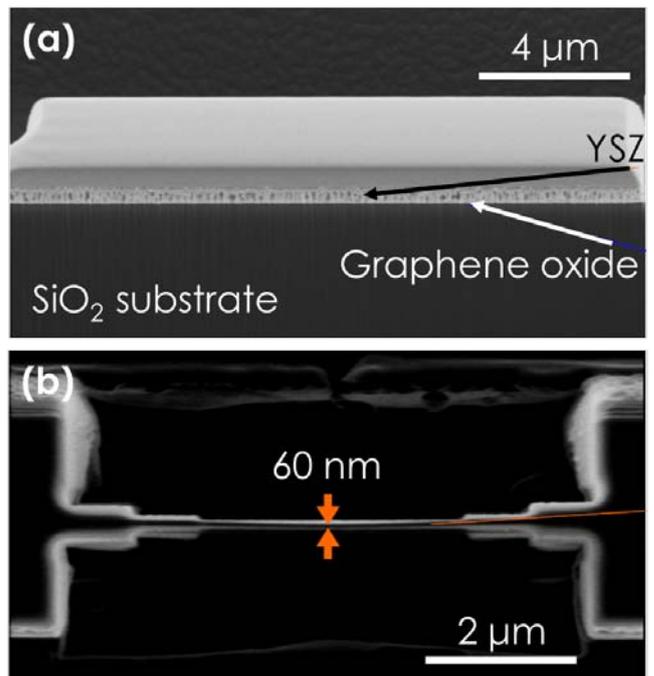


Fig.1 (a) The cross-section of the sample of micro-sampling. (b) The sample which made a film to the limit by the low voltage processing.

4. その他・特記事項 (Others)

なし。

5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation)

なし。

6. 関連特許 (Patent)

なし。