

課題番号 : F-13-TT-0001
利用形態 : 機器利用
利用課題名 (日本語) : ラマン装置内部 LED 白色光源を使用した反射光による短時間評価技術開発
Program Title (English) : Development of quick evaluation for graphen by using LED white light in Raman equipment
利用者名 (日本語) : 長谷川 守
Username (English) : Mamoru Hasegawa
所属名 (日本語) : レニショー株式会社
Affiliation (English) : Renishaw kk

1. 概要 (Summary)

ラマン装置にて、ラマン散乱だけでなく反射光によるマッピングができないかという問い合わせが多々あった。レニショー社 inVia Reflex 高速ラマンイメージングシステムで追加のハードウェア無しでどの程度出来るかどうか実験を試みた。特にラマン分光よりも短時間でサンプル上の成分分布を評価できるかどうかを検証した。

また、できるだけ追加のハードウェアが必要ないことを前提としているため、装置内蔵の LED 白色光で実用レベルか併せて検証した。

2. 実験 (Experimental)

サンプルとして太陽電池材料で代表的なシリコンを選択した。シリコン基板上に Au がパターンニングされている。Au とシリコンは反射率が大きく異なることから、反射強度をマッピング計算した際にそれぞれの分布情報が得られるかを確認する。

更にグラフェンをサンプルとして選択した理由として、1層がおよそ 0.3nm と薄い層で構成されているながら光吸収率が高く膜の有無でコントラストが得られやすい。更に 2層、3層と重なる層が多いと光吸収率が比例するため層数の違いも認識しやすいだろうと考えた。またラマンと反射光による測定時間の違いを確認した。

<実験前の準備>

・反射光によるマッピング

レイリーフィルタを外し、光源はレーザの代替えとしてラマンの観察用 LED 白色光源がサンプルに照射されるよう設定した。

ラマン分光器内のレイリーフィルタは、脱着がマグネット方

式で取り外すことが容易である。分光用にラマンと同じ 1800l/mm グレーティングを使用した。

・ラマンによるマッピング

532nm 用レイリーフィルタを装着。

1800l/mm グレーティングはラマン分光のために使用した。

3. 結果と考察 (Results and Discussion)

<シリコン基板上の Au>

測定範囲 50 μ m \times 30 μ m

ステップ数 1.3 μ m

トータル 874 スペクトル

励起時間 1sec/line



Figure1. Reflected light intensity map from Au on silicon substrate

反射スペクトルのうち 600nm のピーク強度で計算したところ、シリコン基板と Au の違いが明確である。(Figure 1)

グラフェンをラマン装置で測定したところ、測定時間は下記の結果となった。

<ラマン測定>

測定範囲 82 μ m \times 97.5 μ m

ステップ数 1.3 μ m (X,Y)

トータル 4725 スペクトル

励起時間 2sec/line
測定時間 8分20秒

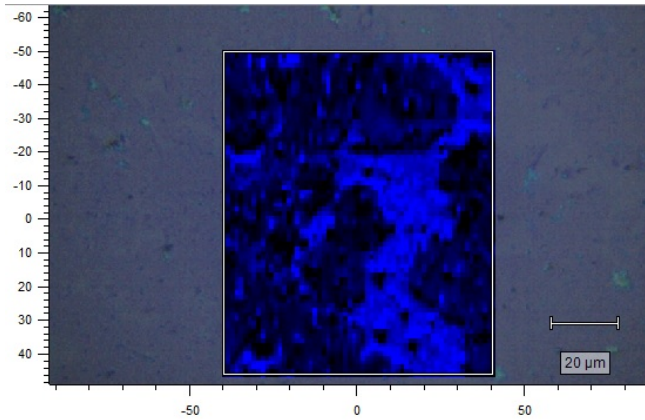


Figure2. Image map of G/D peak ratio obtained from Raman spectrum of graphen

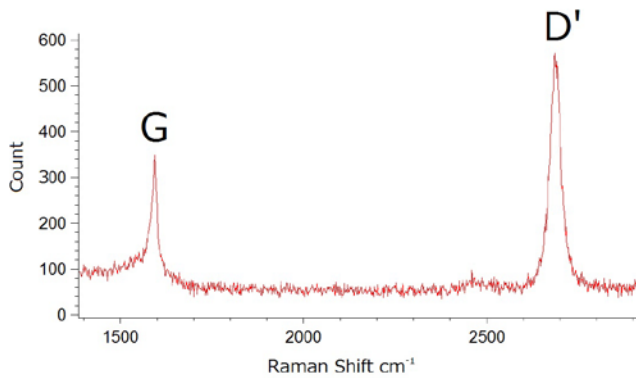


Figure3. Raman Spectrum of graphene

次にLED 白色光源による反射スペクトルを取得し、マッピングした。

励起時間は、ラマン測定と同じ条件で10倍程度の感度が得られることを単発測定で確認したので、10分の1の0.2secと設定した。

<反射光測定>

測定範囲 82 μm×97.5 μm

ステップ数 1.3 μm(X,Y)

トータル 4725 スペクトル

励起時間 0.2sec/line

測定時間 1分30秒

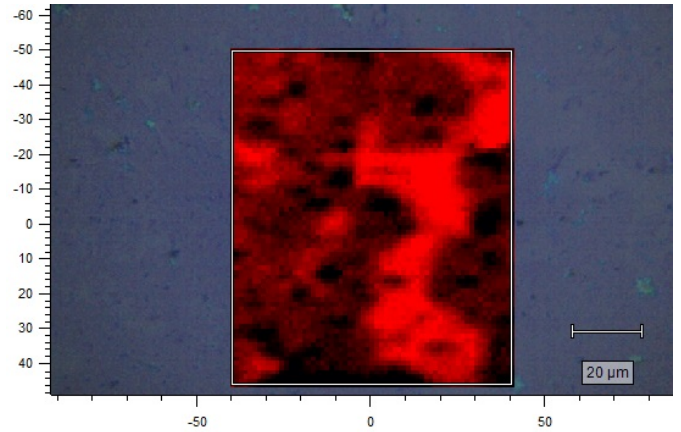


Figure4. Reflected light intensity map at 600 nm

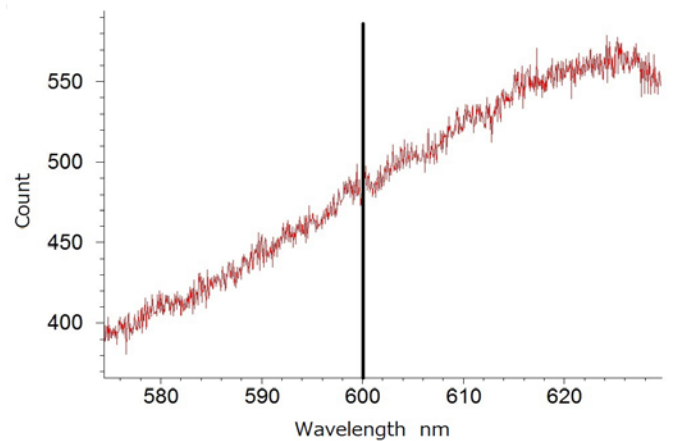


Figure5. Spectrum of reflected light

反射光によるマッピングは、ラマン測定によるものと比較して空間分解能は及ばないものの概ね分布を短時間で把握するには十分実用できると確認した。今回使用したグレーティングよりも本数の少ない例えば600l/mmを使用すればより広範囲の波長を同時測定できると期待できる。

4. その他・特記事項(Others)

サンプルによっては、より低波長をカバーする白色光源が必要かと考えるので、グラフェン以外のサンプルでも試してみようとする。

協力者:豊田工業大学 教授 吉村 雅満 様

防衛大学校 神津 知己

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

なし

6. 関連特許(Patent)

なし