

九州シンクロトン光研究センター 県有ビームライン利用報告書

課題番号：1809083S

B L 番号：12

(様式第 5 号)

水酸化ニッケルナノシート単層薄膜の X 線光電子分光測定および軟 X 線吸収分光の検討 X-ray Photoelectron Spectroscopy and X-ray absorption fine structure of Nickel Hydroxide Nanosheets

船津麻美・森田亮佑・安武寛紀

Asami Funatsu・Ryosuke Morita・Hiroki Yasutake

熊本大学

Kumamoto University

- ※ 1 先端創生利用（長期タイプ）課題は、実施課題名の末尾に期を表す（Ⅰ）、（Ⅱ）、（Ⅲ）を追記してください。
- ※ 2 利用情報の公開が必要な課題は、本利用報告書とは別に利用年度終了後 2 年以内に研究成果公開（論文（査読付）の発表又は研究センターの研究成果公報で公表）が必要です（トライアル利用を除く）。
- ※ 3 実験に参加された機関を全てご記載ください。
- ※ 4 共著者には実験参加者をご記載ください（各実験参加機関より 1 人以上）。

1. 概要

水酸化ニッケルナノシートの還元により金属化を検討しているが、この金属化処理前後の評価が現時点では十分できていない。そのため、合成環境と評価系を同一ラインに乗せ、得られたナノシートを様々な方向から分析を進めることにより、最終生成物の状況を確認したいと考えている。これまでは、単層の水酸化ニッケルナノシートのシグナルを XPS で確認し進めてきたが、今回は同様のサンプルを XAFS 測定のための確認を実施し、シグナルの確認に成功した。この結果を活かし、次回は様々な基板での比較検討や熱処理を進めて行く予定である。

(English)

We have researched metallization by reduction of nickel hydroxide nanosheets. However, the evaluation before and after this metallizing treatment is not sufficient at the present time. Therefore, we hope to confirm the situation of the final product by placing the synthesis environment and the evaluation system on the same line and advancing analysis of the obtained nanosheet. We have confirmed the signal of the monolayer nickel hydroxide nanosheet by XPS so far. But we have used using XAFS measurement from this time. And we have succeeded detect of their signals. Taking advantage of this result, we plan to advance comparative examination and heat treatment on various substrates next time.

2. 背景と目的

グラフェンの研究の盛り上がりにより多くの二次元材料の研究が世界中で進められているが、単層程度の金属ナノシートの報告例はほとんどない。そこで、現在我々は水酸化物・酸化物ナノシートを還元処理により金属化を目指しており、さらにこの金属化の過程の評価手法を検討している。特に、還元前後のナノシートをその場観察による手法を取り入れた評価を進めることで、これを証明したいと考え、XPS による分析を進めてきたが、さらに多角的に評価を進める上で、XAFS 分析にも注目してきた。そこで、本実験課題においては、還元前の極薄のナノシート積層膜が XAFS 分析によりシグナルが読み取れるか確認するために検討を実施した。

3. 実験内容 (試料、実験方法、解析方法の説明)

・本実験課題では、まず基板へ積層させた単層の水酸化ニッケルナノシートのXAFS分析によるシグナルの確認を実施した。

サンプルについて>

・使用基板：Siウェハ、Si-金蒸着膜、HOPG、Pt基板

・基板へ積層させた単層の水酸化物ナノシート (厚み1nm程度) を基板表面の全面に敷き詰めた状態のものを用いた。

・サンプル種：①基板のみ、②水酸化物積層膜、②の酸化処理膜

4. 実験結果と考察

使用した評価サンプルは、図1にも示したように基板に厚さが約1nm程度のナノシートでSiウェハ全面を覆った状態で作製している。しかしながらナノシート単層程度のボリュームしかないので、このサンプルのXPS分析にて長時間測定した際にも、シグナルが非常に弱く、更に波形が乱れやすい傾向にあり組成及び価数変動を分離することは非常に難しく同定が非常に困難であった。そのため、物性確認を深めるための評価としてXAFS測定を実施した。図2には、Siウェハ上に製膜したナノシート積層膜のXAFS測定結果を示した。今回は、水酸化物ナノシートを積層させた膜と、この膜を更に酸化処理 (大気下での焼成加熱) させたものを比較して測定した。この結果、NiのL吸収端の報告例と近い位置に同系統のスペクトルが検出されたため、対象サンプルを観察できていると判断した。また、酸化処理前後の比較からは処理前後におけるスペクトル位置や形状において大きな違いは確認できなかった。次に、基板をSiウェハからHOPGや金蒸着膜、金属板などを用い薄膜を製膜し、その挙動を同様にXAFS測定により観察した。ナノシートは基板種により積層がうまくいくものと行かないものがあり、XPS測定ではその傾向が顕著にみられ、目的のスペクトルが検出できないものもあったが、XAFS測定では今回のサンプルでは、どの基板でもスペクトル検出ができることが確認できた。

5. 今後の課題

今回の評価によりXPSでは困難なサンプルでも、単層ナノシートのシグナルを確認することができるようになったと考えている。しかしながら、ベースラインがうまくとれていないものなどもあるため、条件をよく検討し次回以降の熱処理等での評価へつなげていきたいと考えている。

6. 参考文献

・ H. Ikeno, et al., *Phys. Rev. B* 72, 075123, 2005

7. 論文発表・特許

なし

8. キーワード

ナノシート、金属酸化物・水酸化物、還元処理

9. 研究成果公開について

① 論文 (査読付) 発表の報告

(報告時期：2020年2月頃目標)

② 研究成果公報の原稿提出

(提出時期： 年 月頃)

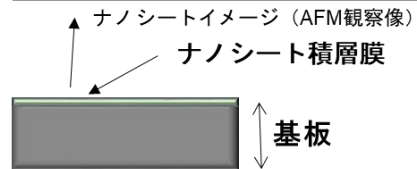
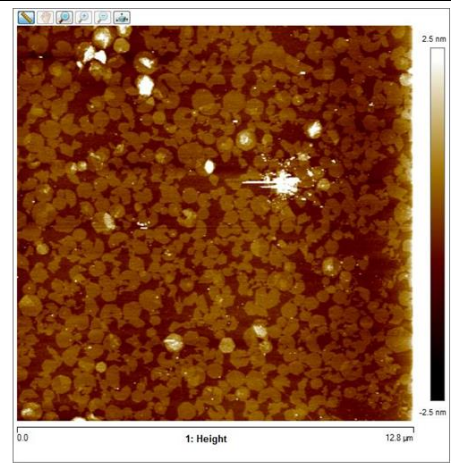


図1 サンプルイメージ

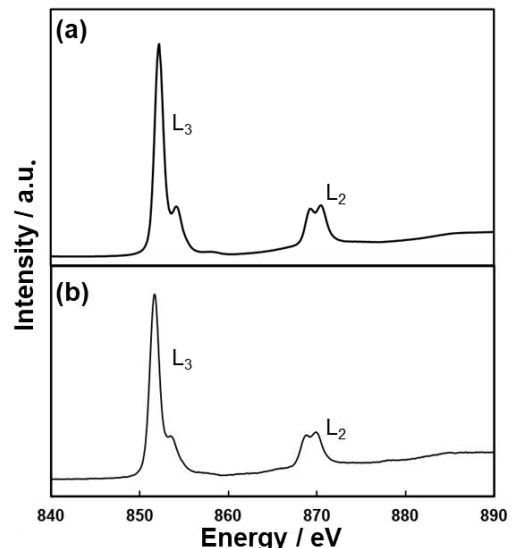


図2 Ni(OH)₂ナノシート薄膜のNi-L吸収端 NEXAFS スペクトル

(a) Ni(OH)₂ナノシート、

(b) Ni(OH)₂ナノシート酸化処理膜