

(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 X-ray Photoelectron Spectroscopy of Nickel Hydroxide Nanosheets

船津麻美・福海紅紀

Asami Funatsu・Aki Fukumi

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（注：結論を含めて下さい）

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 XPS 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。これまでに単層の水酸化ニッケルナノシートの XPS 分析を行うため単層でのシグナル確認、前処理条件等の検討をすすめてきた。本課題では、それらを繋げ測定の可否及び課題の抽出を実施した。一連の操作を繋げ大気暴露なく処理及び評価は進めることができると判断したが、細かな検討が必要なことが確認できた。

(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 XPS analysis of the obtained nanosheet. We have been studied signal confirmation and heating condition to perform XPS analysis of monolayer nickel hydroxide nanosheet. In this study, we tried to connect them and decide whether or not to measure and extract the problem. Although we judged that processing and evaluation can proceed without exposing the atmosphere by connecting a series of operations, we confirmed that detailed examination is necessary, too.

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、単層程度までに剥離されたの金属ナノシートの報告例は非常に少ない。そこで、本実験課題では、金属ナノシートを安定して得るために、剥離しやすい前駆体である水酸化ニッケルナノシートに注目した。このナノシートは、収率高く得られ活用しやすいが還元後に酸化されやすいという課題を持つ。その課題を解決するために、本実験では、還元処理前後の環境制御 XPS 分析を用いたいと考えている。このような「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、上記課題を解決したいと考えている。具体的には、サンプルの物性を評価確認する際に、合成環境（処理環境）と評価系を同一ラインに乗せることにより、得られたナノシートの正しい情報を入手することを最終的な目的とした。そのため、前回までの検討により、まず単層の水酸化ニッケルナノシートのシグナルの確認と前処理装置の加熱条件の検討を開始した。今回はその結果を繋げ、目的の処理と評価を同一ラインにつなげることによる課題を抽出し、この評価で目的に合った測定ができるか否か評価検討した。

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、基板へ積層させた単層の水酸化ニッケルナノシートを加熱条件検討及びその評価のための諸条件確認を実施した。用いたサンプルは、Siウェハ等数種類の基板へ積層させた単層ニッケルナノシートを用い、測定条件は、前回抽出した条件を用いた。今回の検討では、大気非暴露環境下で、加熱処理—評価の一連の流れを図1の試料搬送導入機を用い実施し、前処理条件の検討（昇温時間や冷却条件・時間など）や作業性確認（装置への投入タイミングの検討）することで課題抽出することを目的とした。

- ・ サンプル：Siウェハ基板等へのナノシートの積層膜
- ・ 処理条件：加熱、ガス雰囲気、昇温時間、冷却時間等
- ・ 確認項目：処理時間、測定時間等

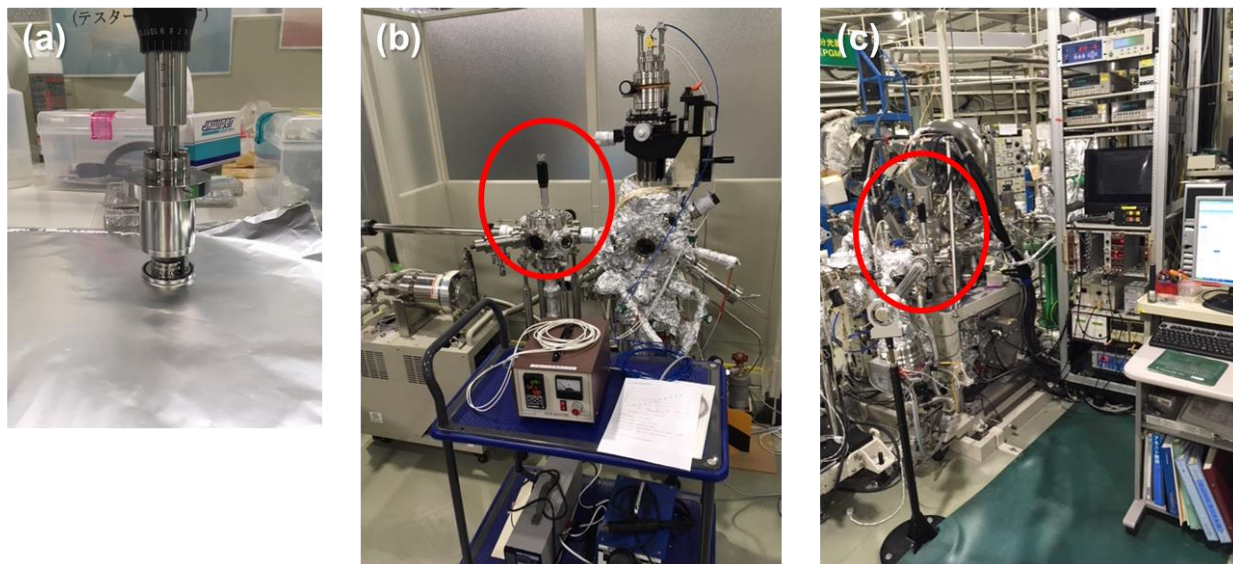


図1 試料搬送導入機

(a) 本体、(b)前処理装置、(c) XPS装置、※赤丸試料搬送導入機の実際使用形態

4. 実験結果と考察

今回の検討では、試料を大気開放することなく装置へ投入できるか。またその作業性や測定への影響を確認することを目的とした。そのため、図1に示したように試料搬送導入機を用い、目的であるナノシートサンプルが使用できるか。全ての処理工程が達成できるか。測定等での確認進めることにより、当初の研究目的にこの評価が適しているか確認し判断することを最大の目的とした。まず測定においては、前回の結果からも問題なく進めることができた。次に加熱条件検討においては、図1の(a)の試料搬送導入機の中にサンプルを入れ、(b)のように前処理装置を入れ昇温時間冷却条件、ガス条件等を今回は比較した。前回の検討結果を活かし加熱条件の全般においてはスムーズに進めることができた。しかしながら冷却やガスの導入時において非常に多くの注意や時間が必要であり課題も多いことが今回確認できた。よって、装置投入等に作業性等は問題なかったが、加熱条件のための検討項目を実施するために昇温時間、冷却時間などが非常に長時間必要であるために目的の条件検討の全てを確認することはできなかった（冷却等を考えると1日に1条件程度の条件検討）。またシグナルの確認はできているが、正確な単層ナノシートの測定結果を得るためにも長時間測定が必須である。よって一番の課題は時間であるため、細かい諸条件の検討が難しいことが確認できた。

5. 今後の課題

今回の検討では、前回の基礎評価を活かし、目的とした大気非暴露環境における処理—評価を同一ラインで進めることに成功した。諸条件は、前回の結果をうまく活かすことができスムーズにできたが、加熱前後を確認するためには冷却や真空環境を維持する点で仮定していたよりも長時間が必要であり、これが一番の課題であることが確認できた。そのため、サンプルの測定の仕方、加熱処理のタイミングや測定順番などにおいても再考し、この測定が与える効果と意義を熟慮し次回の課題検討臨みたいと思っている。

6. 参考文献

なし

7. 論文発表・特許（注：本課題に関連するこれまでの代表的な成果）

なし

8. キーワード（注：試料及び実験方法を特定する用語を2～3）

ナノシート

9. 研究成果公開について（注：※2に記載した研究成果の公開について①と②のうち該当しない方を消してください。また、論文（査読付）発表と研究センターへの報告、または研究成果公報への原稿提出時期を記入してください（2017年度実施課題は2019）年度末が期限となります）。

長期タイプ課題は、ご利用の最終期の利用報告書にご記入ください。

① 論文（査読付）発表の報告 **（報告時期：2020年3月）**