

(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、得られたナノシートの 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。本課題では、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検討を実施した。その結果、単層水酸化ニッケルの測定条件の検討及び前処理装置の加熱条件を抽出した。この結果を活かし、次回は目的の検討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 XPS analysis of the obtained nanosheet. In this study, we confirmed the XPS signal of monolayer nickel hydroxide nanosheet and examined the heating condition of the pretreatment equipment. As a result, the measurement conditions of monolayer nanosheet and the heating condition of the pretreatment equipment were extracted. Taking advantage of this result, we plan to advance the study of the purpose next time.

2. 背景と目的

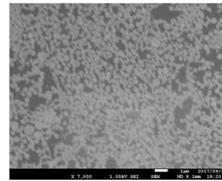
グラフェンの研究の盛り上がりにより多くの二次元材料の研究が世界中で進められているが、単層程度に剥離されたこれらのナノシートの報告例はほとんどない。そこで、本実験課題では、金属ナノシートを安定して得るために、剥離しやすい前駆体であるニッケル水酸化物ナノシートに注目した。このナノシートは、収率高く得られ活用しやすいが還元後に酸化されやすいという課題を持つ。その課題を解決するために本実験では、還元処理前後の状態を様々な環境を制御することにより XPS 分析により評価をすることを目標としている。この還元後のナノシートをその場観察による手法を取り入れた評価を進めることで、これを証明し、金属ナノシートの合成方法を確立したいと考えている。これまで水酸化物ナノシートの還元処理を行うことで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とはできていない。そこで、この合成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 XPS 分析を進めることを最終的な目的とする。本実験課題においては、具体的に実験を進めていくために、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、基板へ積層させた単層の水酸化ニッケルナノシートのXPSによるシグナル確認と前処理装置の加熱検討を実施した。

① シグナル確認

図1のように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、XPSによるシグナル確認を実施した。使用した評価サンプルは、基板に厚さが約1nm程度のナノシートが敷き詰められた状態のものを用いた。今回は基準となる元素の確定及びそれに対する主元素であるニッケルの比率及びS/Nの確認、測定数や時間の把握を目的とした。



サンプルFE-SEMイメージ像
(Siウェハ上のナノシート：
白い部分がナノシート。
基板全面に単層膜有)

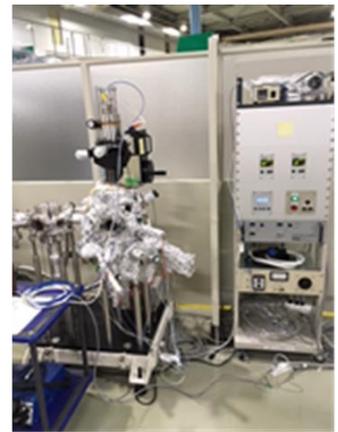


図2 前処理用加熱装置

② 前処理装置の加熱条件検討

図2の前処理装置を用い、室温から500℃までの加熱時間とそのときの真空度の確認を実施した

Siウェハ上積層膜
(ナノシート単層積層のイメージ
グレー部：単層ナノシート：約1nm
青色：Siウェハ：500μm)

図1 使用サンプルイメージ

4. 実験結果と考察

①シグナル確認

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程度のナノシートが敷き詰められた状態のものであり、Siウェハ全面を覆った状態で作製しているが、ナノシート単層程度のボリュームしかないため、このサンプルのシグナルを検出するためには時間及び条件の検討が大切である。そのため、本課題ではこのサンプルで測定できる条件を確認することを目的とした。その結果、図3に示すように目的とするニッケルのシグナル確認及びSiウェハ基板によるSiの検出が可能であることが確認できた。その他、C1sには、オージェが検出され今回の条件では正確な値を確認することができないと判断し、基準として使用しないことにした。そのため、実験の比較には、Si2pとNi2pを用い比較検討していきたいと考えている。今回の検討では、シグナルは検出されたが、S/Nもまだ十分といえないため次回は更にサンプルの作製と時間等の条件を調整しより確認しやすい環境で実験を進めて行きたいと考えている。

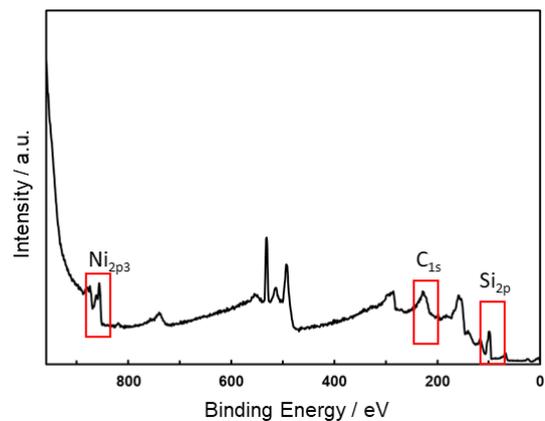


図3 水酸化ニッケルナノシートのXPSスペクトル

②前処理装置の加熱条件検討

図2の前処理装置にSiウェハへナノシートを積層させたサンプルを入れ、その時の加熱温度と時間、真空度の確認を実施した。その結果を表1へ示す。これより温度を上げるとサンプルからのアウトガスにより真空度が低下することが確認できたが装置が止まるなどその他の課題は出てこなかったため、次回の加熱検討にこの結果を活かして行きたいと考えている。

表1 前処理装置の加熱条件検討一覧表

温度/℃	真空度/Pa	備考
30	8.5×10^{-6}	
95	9.4×10^{-6}	
115	1.0×10^{-5}	
250	5.5×10^{-5}	
300	6.6×10^{-5}	
320	7.1×10^{-5}	
335	1.2×10^{-4}	
400	9.1×10^{-5}	
400	6.5×10^{-5}	5分維持

5. 今後の課題

今回の評価により単層ナノシートのシグナルを確認することができたが、非常に弱いため、更に時間や回数などの調整を検討する必要がある。また、前処理条件の加熱検討については、500℃程度であれば、サンプルからのアウトガスは出てくるが装置を止めることなく実施可能であることが確認できたため、この条件を次回からの加熱処理に活かして行きたいと考えている。次回の加熱処理においては、加熱の昇温時間等やガスの有無による変化も確認する必要がある。また、測定時間も加熱処理及びこの冷却時間も非常に長い時間が必要である。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熟慮する必要がある。

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： | 年 | 月） |
| ② 研究成果公報の原稿提出 | （提出時期： | 年 | 月） |