

(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・花村紗衣  
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（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。前回までに検討してきた初期測定結果を活かし、熱処理による効果の評価できることを確認した。

### (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 analysis of the obtained nanosheet. In this study, we confirmed that the effects of heat treatment could be evaluated by making use of the basic measurement results examined up to the previous 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、これまでに、還元前の極薄のナノシート積層膜が XPS 及び XAFS 分析によりシグナルが読み取れることを確認してきた。そのため今回はこのサンプルを用い、加熱還元時の挙動を確認した。

## 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、基板へ積層させた水酸化ニッケルナノシートの加熱処理等を実施しその前後のサンプルの表面状態を分析した。

サンプル種>

- ・使用基板：Siウェハ、HOPG、Si-Au基板、Ni基板
- ・製膜条件：基板へ積層させた単層ニッケルナノシートを用いた。積層状態は、厚さが約1 nm程度のナノシートが全面に敷き詰められた状態のものを用いた。

確認手法> XPS, XAFS測定

加熱条件> トランスファーベッセル使用。

- ・条件：ガス雰囲気（有無）、加熱温度・時間等調整

#### 4. 実験結果と考察

Siウェハ、Si-Au基板、HOPG等に積層製膜した出発材料のナノシートを様々な条件下で加熱処理（条件：時間、温度、ガス有無）を実施した。まず測定を進めるに際し、還元処理条件の確認を実施した。その検討には、市販のNi基板を利用した。市販のNi基板は、外装フィルム開封直後に測定した場合(a)とそれを水素雰囲気下での加熱還元処理を実施した場合(b)のXAFS測定のNiのL吸収端を測定した(図1参照)。これより、市販のNi基板表面には、酸化ニッケルに近い挙動を示していることより、最表面に酸化被膜が形成されており、加熱還元することにより除去され清浄なNi面が出てきていることが確認できた。

この際に利用した条件を中心に、加熱条件を種々検討し、出発材利用のナノシートに適した還元処理検討を実施し、その還元効果を確認した。

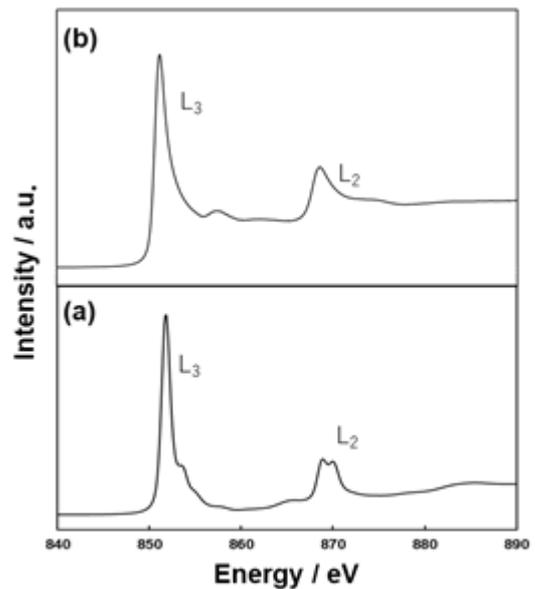


図1 Ni板の還元処理前後比較  
Ni-L吸収端 NEXAFS スペクトル  
(a) 処理前、(b) 処理後

#### 5. 今後の課題

今回の結果より、これまで確認が難しいと考えていた加熱還元処理による還元効果を確認することができた。細かい条件を詰める必要が多々あるが、1段階目の条件検討としては十分効果があったと考えている。今後は、これらの条件を活かし、別の種類の元素からなる出発材料を用い還元効果の挙動を観察し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)