

(様式第 5 号)

## 各種単層水酸化ナノシート及び酸化ナノシート薄膜の 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・Sae Hanamura

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）

金属酸化物ナノシート及び水酸化物ナノシートは、母体である層状化合物の制御により様々な材料をデザインすることが可能であるため、新しい材料を生み出すことも可能である。またナノシートは、その厚さに特徴があり、単位格子一層程度の非常に薄い材料であるため、生み出したものの評価分析が非常に難しい。これまで、数種類のナノシートにおいて、X 線光電子分光測定及び軟 X 線吸収分光測定を実施し、測定できること及び反応過程も確認できることがわかってきた。今回は、新規に作製を進めてきた酸化白金系ナノシートに注目し、この材料の初期分析を開始し、測定できることを確認した。今後はこの材料を用い、これまでの経験を活かした熱処理等の分析を進めていきたいと考えている。

#### (English)

Since metal oxide nanosheets and hydroxide nanosheets can design various materials by control of the parent layered compound, new materials can also be created. In addition, nanosheets are characterized by their thickness, and they are very thin materials (about unit cell size), so analysis of the nanosheets is very difficult. So far, we found that X-ray photoelectron spectroscopy measurement and soft X-ray absorption spectroscopy measurement can be performed on several types of nanosheets, and that measurement and reaction processes can also be confirmed. This time, we focus on the new platinum typed nanosheets and copper typed nanosheets, and started initial analysis of these materials. And we confirmed that they can be measured. In next time, we would like to use this material to advance analysis of heat treatment.

#### 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。中でも、我々は水酸化物・酸化物系のナノシートに注目している。これらは、母体を設計することにより、種類を広げることができるため、様々な新しいナノシート（材料）を生み出す能力を持つことができる。そのため、我々は、新規な二次元構造を持つ材料の提案とその活用に注力している。活用法の 1 つとして、合成したナノシートを加熱等の外的処理による影響も検討している。中でも、現在は酸化物（水酸化物）という材料の特徴を生かし、加熱還元雰囲気下における構造制御を進めている。これまでに、数種類において極薄ナノシートの組成分析及び加熱還元前後の変化を追うことに成功し

てきた。今回は、現在私達が新たに合成に成功した、白金系・銅系の水酸化物、酸化物の情報を得ること、そして今後反応過程の情報収集ができるように広げていくために、初期検討を実施した。

### 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、白金系・銅系のナノシートの検討を進めるために、それらの母体粉末から基板へ積層させたそれぞれのナノシートの初期条件の確認を実施するために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、Pt基板
- ・使用サンプル条件：①粉末（母体の層状化合物）  
②各基板へ積層させた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

### 4. 実験結果と考察

これまでの検討より、目的のナノシートの情報を得るため、加熱有無の情報を得るためには、初期情報・比較対象（市販試薬・基板等）の情報を丁寧に抑えることが大切であるため、今回はこれらを重点的に検討を進めた。まず、使用した評価サンプルは、基板に厚み数 nm 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重要である。そのため、本課題ではこれら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1に白金系のサンプルの結果を示した（(a)(b)には比較用として、白金黒、酸化白金等を用いた）。これより Pt4f のシグナルがわずかながら確認できたため、白金系ナノシートの表面分析を今後も進めていけると判断した。ただし非常に小さいため、サンプルを更に吟味して作製していく必要があると課題を明確にした。更に、比較サンプルと比べても異なる波形になっていることなど様々な情報も得つつあることも確認できた。

併せて 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ため、実験の比較には、Si2p と Pt4f 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、シグナルは検出できたが、上記したように、S/N もまだ十分といえないため、次回からの評価ではもっとナノシート量が多い状態のものを準備し、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いきたいと考えている。また、今回の知見を活かし次回からは加熱条件の検討に移りたいと考えている。今回は、同様に銅系のナノシートでも検討を進め、初期情報を得ることができるとも確認できた。銅系では XAFS 測定も十分に実施することができたため、併せて検討を進めていきたいと考えている。

### 5. 今後の課題

今回の評価により新しく準備した白金系ナノシートおよび銅系ナノシートのシグナルを確認することができた。白金系は、非常に弱いため、更に時間や回数などの調整と合わせ、サンプル作製条件も見直す必要を感じた。一方、銅系のサンプルでは比較的良好に測定を進めることができたため、次回は、加熱処理に入っていきたいと考えている。これまでの結果を再度見直し、限られた時間内での測定順番、時間、処理条件、タイミングなどにおいても熟慮し臨みたいと考えている。

### 6. 参考文献

なし

### 7. 論文発表・特許

なし

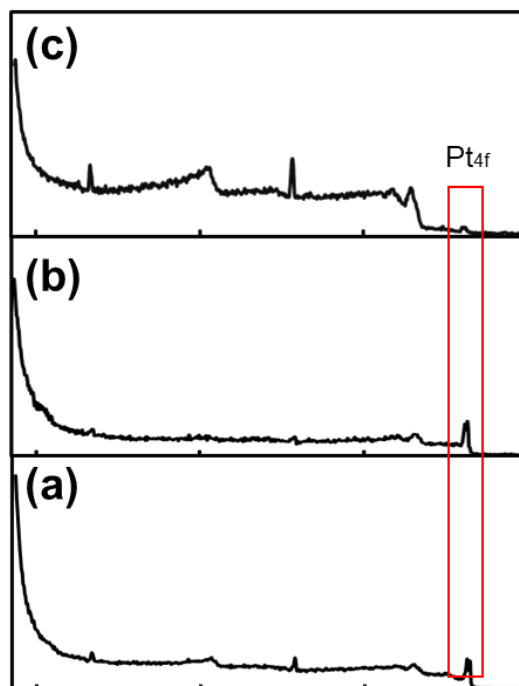


図1 白金系ナノシートのXPSスペクトル

- (a) 比較用：白金黒、
- (b) 比較用：酸化白金
- (c) サンプル：白金系ナノシート

## 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： 2021年3月頃目標）
- ② 研究成果公報の原稿提出                      （提出時期： 年 月頃）