

## 面内 XRD 測定による MoS<sub>2</sub> ナノシートの結晶構造解析 Crystal Structure of MoS<sub>2</sub> Nanosheets Revealed by In-plane XRD Analysis

坂井伸行<sup>1,\*</sup>, 福田勝利<sup>2</sup>, 海老名保男<sup>1</sup>, 佐々木高義<sup>1</sup>

<sup>1</sup> 物質・材料研究機構 WPI-MANA, 〒305-0044 つくば市並木 1-1

<sup>2</sup> 京都大学産官学連携本部, 〒606-8501 京都市左京区吉田本町

Nobuyuki Sakai<sup>1,\*</sup>, Katsutoshi Fukuda<sup>2</sup>, Yasuo Ebina<sup>1,\*</sup>, and Takayoshi Sasaki<sup>1</sup>

<sup>1</sup>WPI-MANA, National Institute for Materials Science (NIMS),  
1-1 Namiki, Tsukuba, 305-0044, Japan

<sup>2</sup>Office of Society-Academia Collaboration for Innovation, Kyoto University,  
Yoshida-honmachi, Sakyo-ku, Kyoto, 606-8501, Japan

### 1 はじめに

2H 構造を持つ層状 MoS<sub>2</sub> は、Li<sup>+</sup>のインターカレーションにより 1T 構造に変化し、その後の単層剥離の過程では 1T 構造が保持される。得られた MoS<sub>2</sub> ナノシートは、分散液中で徐々に酸化して電荷を失い沈殿する。本研究では、酸化により MoS<sub>2</sub> が元の 2H 構造に戻るのか 1T 構造が保持されるのかを明らかにするため、ナノシートの面内 XRD 測定を行った。

### 2 実験

層状 MoS<sub>2</sub> を n-ブチルリチウムと反応させて得られた Li<sub>x</sub>MoS<sub>2</sub> を、超音波照射下、水と反応させて単層剥離した MoS<sub>2</sub> ナノシート分散液を得た。カチオン性ポリマーを吸着させた Si 基板を MoS<sub>2</sub> ナノシート分散液に浸漬することでナノシート単層膜を Si 基板上に堆積させた薄膜試料を得た。保存条件の異なるナノシート分散液を用いて同様の薄膜試料を作製し、薄膜回折計を用いてナノシートの面内 XRD を測定した(図 1)。

### 3 結果および考察

作製直後の MoS<sub>2</sub> ナノシート分散液を用いて作製した MoS<sub>2</sub> ナノシート単層膜は、厚みが~1.2 nm で均一であり、横方向には 0.3-1 μm の広がりを持つ二次元物質であることが AFM 観察によりわかった。面内 XRD 測定では 1T 構造に由来する回折パターンを示した(図 1, Fresh)。これを Ar 雰囲気下で 300 °C で加熱すると 2H 構造の MoS<sub>2</sub> ナノシートに帰属される回折パターンが得られた(図 1, Annealed)。

MoS<sub>2</sub> ナノシート分散液を N<sub>2</sub> 雰囲気下で 2 ヶ月保存した場合、分散状態には変化は見られず、ナノシートの厚みや大きさにも変化は見られなかった。また、面内 XRD 測定からも 1T 構造に由来する回折パターンが確認された(図 1, Aged in N<sub>2</sub>)。

一方、空気中で 1 ヶ月保存した分散液は黒色から薄い黄色に変化した。分散しているナノシートは横方向の大きさが 20-50 nm であり、ナノシートが断片化したことが AFM 観察によりわかった。この分

散液を用いて作製した MoS<sub>2</sub> ナノシート 5 層膜からは 1T 構造に由来する回折パターンが観察された(図 1, Aged in air)。二次元の対称性は Rectangular であり、格子定数(a = 0.5680(4) nm, b = 0.3193(3) nm)は、作製直後の分散液から作製した場合(a = 0.5687(3) nm, b = 0.3204(2) nm)や N<sub>2</sub> 雰囲気下で保存した分散液から作製した場合(a = 0.5689(3) nm, b = 0.3207(3) nm)とほぼ同じであることがわかった。

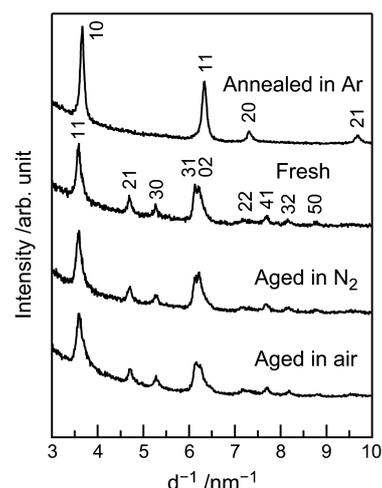


図 1 : MoS<sub>2</sub> ナノシートの面内 XRD パターン

### 4 まとめ

1T 構造を持つ MoS<sub>2</sub> ナノシートは熱力学的に安定な 2H 構造に徐々に変化すると考えられていたが、このような変化には加熱処理が必要であり、室温では起こらないことがわかった。

### 文献

[1] L. Nurdiwijayanto, R. Ma, N. Sakai, T. Sasaki, "Insight into the structural and electronic nature of chemically exfoliated molybdenum disulfide nanosheets in aqueous dispersions," *Dalton Trans.* **47**, 3014 (2018).

\* sakai.nobuyuki@nims.go.jp