

## 面内 X 線回折測定による RuO<sub>2</sub> ナノシートの熱安定性評価 Evaluation of Thermal Stability of RuO<sub>2</sub> Nanosheets by In-plane XRD

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>, 谷口 貴章<sup>1</sup>

<sup>1</sup>物質・材料研究機構 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>, Takayoshi Sasaki<sup>1</sup>, Takaaki Taniguchi<sup>1</sup>

<sup>1</sup>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

層状金属酸化物の単層剥離により得られる酸化物ナノシートは多様な組成に基づくさまざまな魅力的な特性を示す。酸化ルテニウムナノシートは導電性であり酸化還元能を有することからキャパシタ材料として注目されている。本研究では、酸化ルテニウムナノシートの熱安定性について検討した[1]。

### 2 実験

K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> と RuO<sub>2</sub> を適切な割合で混合し、Ar 気流中 900 °C で 24 h 焼成することにより層状ルテニウム酸カリウムを合成した。これを 60 °C に加温した 1 M 硝酸に分散させ 3 日間攪拌し、層間の K<sup>+</sup>を H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>に交換した。さらに、水酸化テトラブチルアンモニウム水溶液に分散させ室温で 10 日間振盪することにより、厚みが 1.2 nm、横サイズが数百 nm の RuO<sub>2</sub> ナノシートが分散したコロイド溶液を得た。シリコンウェハ基板にカチオン性ポリマー(pdda)と RuO<sub>2</sub> ナノシートを交互に 20 回吸着させ RuO<sub>2</sub> ナノシート多層膜を作製した。ビームライン 6C に設置されている薄膜回折計を用いて、波長  $\lambda = 0.11990(2)$  nm の放射光を試料表面に入射して RuO<sub>2</sub> ナノシートの面内 XRD 測定を行った。

### 3 結果および考察

作製した RuO<sub>2</sub> ナノシート膜について、面内 XRD 測定を行ったところ、二次元斜方格子に帰属される回折パターンが観察された(図 1)。格子定数は  $a = 0.3072(1)$  nm、 $c = 0.4800(1)$  nm、 $\beta = 91.60(2)^\circ$  と求められ、母層状結晶の格子定数 ( $a = 0.3055(1)$  nm、 $b = 1.4630(3)$  nm、 $c = 0.5045(3)$  nm、 $\beta = 91.17(4)^\circ$ ) と概ね一致したことから、剥離しても層状結晶のホスト層の構造はほとんど変化しないことが確かめられた。

150-300 °C で加熱処理を施した RuO<sub>2</sub> ナノシート多層膜についても同様に面内 XRD 測定を行った(図 1)。加熱温度の上昇に伴い、XRD パターンは徐々に変化した。200 °C での加熱により  $\sim 3.9$  nm<sup>-1</sup> の -11/11 ピークや  $\sim 7$  nm<sup>-1</sup> の -13/13 ピークがそれぞれ近づき、250 °C では一つのピークになり、二次元長方格子に

帰属された。300 °C では 11 ピークと 02 ピークが近づいた。これらのことから、加熱前の二次元斜方格子は準安定な構造であり、加熱により対称性の高い安定な二次元長方格子に変化すると考えられる。

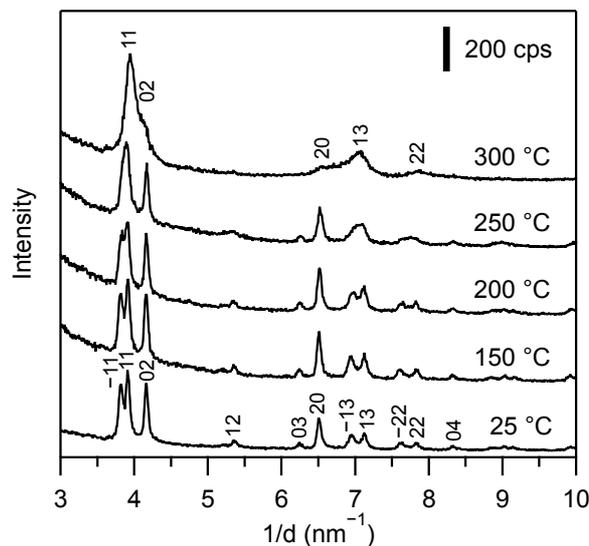


図 1 : 各温度で加熱した酸化ルテニウムナノシート膜の面内 XRD パターン

### 4 まとめ

酸化ルテニウムナノシートは母結晶である層状ルテニウム酸カリウムのホスト層の構造を保持しており、250 °C 以上の加熱を行うとより安定な構造に変化することがわかった。

### 成果

[1] L. Nurdiwijayanto, K. Hayashi, N. Sakai, Y. Ebina, D. Tang, S. Ueda, M. Osada, K. Tsukagoshi, T. Sasaki, T. Taniguchi, "Thermal and Chemical Phase Engineering of Two-Dimensional Ruthenate," *ACS Nano*, **17**, 12305 (2023). DOI: 10.1021/acsnano.3c01017.

\* sakai.nobuyuki@nims.go.jp