

課題番号(Number of project) : F-21-HK-0002
利用形態(Type of user support) : 機器利用
利用課題名(日本語) : 複層グラフェン基板への金属原子クラスター作製と透過電子顕微鏡による観察
Program Title (English) : Synthesis of atomic metal clusters on multi-layer graphene supports and their observation by transmission electron microscope
利用者名(日本語) : 澤田 渉¹⁾, 中川 祐貴²⁾, 柴山 環樹²⁾
Username (English) : Wataru Sawada¹⁾, Yuki Nakagawa²⁾, Tamaki Shibayama²⁾
所属名(日本語) : 1)北海道大学大学院工学院 2)北海道大学大学院工学研究院
Affiliation (English) : 1) Graduate school of Engineering, 2) Faculty of Engineering, Hokkaido University
検索キーワード : 成膜・膜堆積、合成、形状・形態観察

1. 概要 (Summary)

金属原子クラスターはバルクの水素吸蔵合金に比べて、数倍～数十倍の重量密度の水素を貯蔵できるポテンシャルを持っている。また、水素化クラスターを担持し透過電子顕微鏡(TEM)で観察するための基板として、グラフェンが有望である。本研究では、複層グラフェン基板へ Fe を真空蒸着することで、Fe 原子クラスターやナノ粒子の作製を試みた。

2. 実験 (Experimental)

【利用した主な装置】

EB 加熱・抵抗加熱蒸着装置 (菅製作所)

【実験方法】

複層グラフェン TEM グリッド (3-5 層、EM Japan 製) や単層グラフェン TEM グリッド (応研商事製) に、EB 加熱蒸着により Fe クラスターやナノ粒子の担持を試みた。電圧 8.8kV、成膜速度 0.1 Å/s で 50 秒間蒸着を行った。蒸着後のグリッドを、FE-TEM (JEOL, JEM-2010F) や収差補正 STEM (日本 FEI, Titan3) を用いて観察した。収差補正 STEM では、80 kV での観察を行った。

3. 結果と考察 (Results and Discussion)

購入した複層グラフェングリッドを観察したところ、蒸着前でも Cu ナノ粒子などのコンタミネーションが多く存在していることが分かった。蒸着後の試料の高分解能 TEM (HRTEM) 観察より、1~3 nm 程度の FeO ナノ粒子を観察することができた。

単層グラフェングリッドに Fe を蒸着した試料では、蒸着量が少なすぎたためか、Fe 原子クラスターを観察することはできなかった。一方、グラフェンの転写処

理過程で混入するとされる SiO₂ コンタミネーションが多く、多くの場所で観察され、グラフェンに形成された細孔部の HAADF-STEM 像や EDS 解析より、Si 単原子や Si クラスターと推測されるクラスターを観察することができた。また、五員環や七員環構造の形成により生じる空孔が存在する領域も観察することができた。

4. その他・特記事項 (Others)

謝辞：本研究は JSPS 科研費 21K14453 の助成を受けたものです。情報科学研究院のアグス・スバギョ先生には、分析機器の利用時に大変お世話になりましたので、ここに感謝申し上げます。

5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation)

(1) 澤田 渉, 中川 祐貴, 柴山 環樹, “レーザー照射した金属原子クラスターの透過電子顕微鏡による微視的観察”, 日本金属学会 2021 年秋期講演大会 (ポスター発表), 2021 年 9 月 14 日.

(2) 澤田 渉, 中川 祐貴, 柴山 環樹, “グラフェン上金属クラスターの TEM による微視的観察とその水素吸蔵手法の検討”, 令和 3 年度日本顕微鏡学会北海道支部学術講演会 (ポスター発表), 2021 年 12 月 4 日.

6. 関連特許 (Patent)

なし。