



XPS および XAS による炭素薄膜の化学状態解析

宮田 康史
名古屋市工業研究所

キーワード：グラフェン，固体リチウムイオン二次電池，マイクロ波 CVD

1. 背景と研究目的

炭素材料はナノチューブやグラフェンといったナノカーボン類に対して多くの研究がなされている。近年では二次電池や燃料電池の電極に多用され、電池性能の向上に向けて研究開発が進められている。我々の研究グループでは戦略的基盤技術高度化支援事業（サポイン事業）でナノカーボンであるグラフェンを固体リチウムイオン二次電池の電極に応用する開発を行っている。グラフェンは、2次元構造の材料であり、比表面積が大きく、導電性が銅より高い。そこでグラフェンを縦方向に配列させる成膜技術を開発し、電池電極の高性能化を目指している。今回は成膜過程でのグラフェンの結晶性など物性に注目した分析を行った。

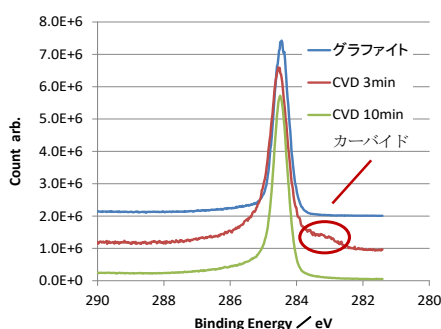
2. 実験内容

グラフェン電極は炭素材料用マイクロ波プラズマ CVD 装置を用いてステンレス基板上に作製した。グラフェンの成長過程を調べるために成長時間を3分と10分の2種類の試料を作製した。Aichi SR のビームライン7U を利用してグラフェンの光電子分光スペクトル (XPS) 測定を行った。比較試料として HOPG(Highly oriented pyrolytic graphite：高配向性熱分解グラファイト)も測定した。別途、電子顕微鏡及びエネルギー分散型 X 線分析 (EDX) によりグラフェンの組成を評価した。それぞれの試料について測定前に真空中で 500°C で 1 時間の前処理を行い、吸着ガスや有機物の除去を行った。XPS 測定の前には金試料の測定を行い、XPS の binding energy 値の校正を行った。

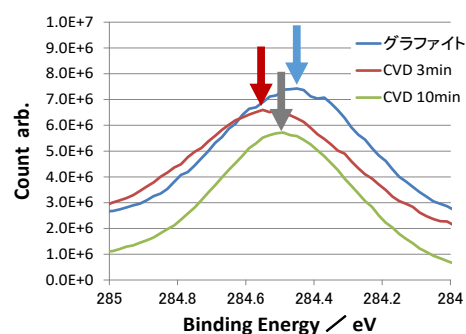
3. 結果および考察

Fig.1(a)に、上記3試料における XPS(C1s)測定結果を示した。CVD 3分成膜試料における 283~284eV 付近にはカーボンカーバイドと思われるブロードなピークが認められる。同じ試料の EDX 測定結果から Fe、Cr が検出され、これらと炭素とのカーバイドであることが示唆された。しかし、成膜時間が10分になるとほぼ消滅することから、基板表面のみで CVD カーボンとの反応により生成されていると思われる。図 1(b)の 284.5eV 付近の拡大図から成膜時間が3分から10分になると XPS ピークが高結晶化グラファイトのピーク

に近づいていた。グラフェンナノウォールの成長とともに高結晶化が進行していることがわかり、リチウム二次電池電極として好ましい特性を備えていることが確認できた。



(a) C 1s スペクトル



(b) 284.5 eV 付近の拡大図

図1 グラフェンウォールの XPS 分光スペクトル測定結果