

マテリアル先端リサーチインフラ利用報告書

ARIM User's Report

[Release : 2024.07.25] [Update : 2024.05.10]

課題データ / Project Data

課題番号 Project Issue Number	23KU0023
利用課題名 Title	複合アニオンフッ化物の電子顕微鏡観察
利用した実施機関 Support Institute	九州大学 / Kyushu Univ.
機関外・機関内の利用 External or Internal Use	外部利用/External Use
横断技術領域 Cross-Technology Area	計測・分析/Advanced Characterization
重要技術領域 Important Technology Area	革新的なエネルギー変換を可能とするマテリアル/Materials enabling innovative energy conversion 量子・電子制御により革新的な機能を発現するマテリアル/Materials using quantum and electronic control to perform innovative functions
キーワード Keywords	光触媒, 電子顕微鏡 / Electronic microscope, 全固体電池 / All-solid battery, 電子回折 / Electron diffraction

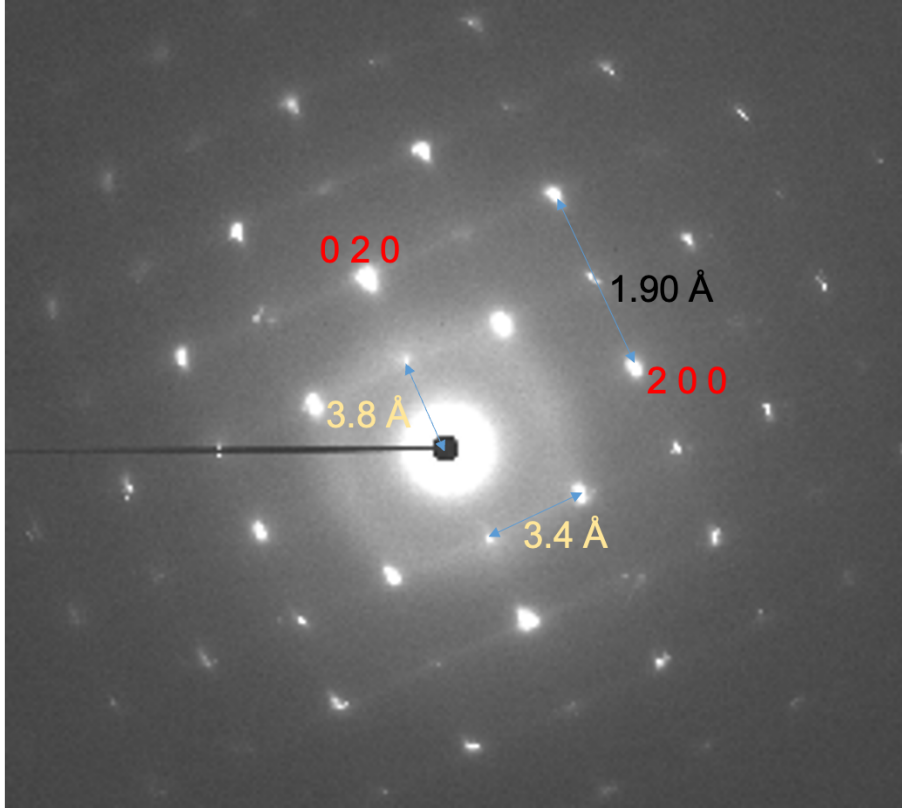
利用者と利用形態 / User and Support Type

利用者名 (課題申請者) User Name (Project Applicant)	加藤 大地
所属名 Affiliation	京都大学大学院工学研究科
共同利用者氏名 Names of Collaborators in Other Institutes Than Hub and Spoke Institutes	
ARIM実施機関支援担当者 Names of Collaborators in The Hub and Spoke Institutes	麻生亮太郎
利用形態 Support Type	技術補助/Technical Assistance

利用した主な設備 / Equipment Used in This Project

利用した主な設備 Equipment ID & Name	KU-004 : 広電圧超高感度原子分解能電子顕微鏡
---------------------------------	----------------------------

報告書データ / Report

<p>概要 (目的・用途・実施内容) Abstract (Aim, Use Applications and Contents)</p>	<p>近年、材料化学における新たな潮流として、化合物中に二種類のアニオンを含む複合アニオン化合物が注目を集めている。負電荷を有する水素であるヒドリド (H-) と酸化物イオン (O²⁻) が複合した物質であるが、貴金属無しでも高いアンモニア合成触媒として機能するなど、興味深い機能性を示すことが知られている (Nat. commun., 9(1), 772.)。しかし、複合アニオン化合物の多くは、その合成に特殊な雰囲気やトポケミカル反応などの工夫が必要であり、粉末でしか得られないことが大半である。そのため、その構造決定には電子顕微鏡観察を含む複数の測定や解析を組み合わせることが不可欠である。本実験では、申請者が最近合成に成功した複合アニオン型の新物質の電子顕微鏡観察を行い、結晶構造の詳細な解析を行うことを目的とする。</p>
<p>実験 Experimental</p>	<p>複数の複合アニオン化合物について、広電圧電頭 (JEM-ARM200CF) を用いた電子顕微鏡観察を行った。複合アニオン化合物は、一般的に電子線に弱い傾向が強いため、加速電圧 80 kV を使用した。また、多くのサンプルは大気不安定であるので、必要に応じて大気非暴露のセルを使用した。</p>
<p>結果と考察 Results and Discussion</p>	<p>Pb-F-I、Pb-F-SCN からなる新物質について、電子顕微鏡観察を行ったが、非常にビームに弱く、電子線回折像を得ることはできなかった。HAADF-STEM 像についても、予想した結晶構造に近い原子像は得られたものの、やはり短い時間で分解が起こってしまい、十分なデータを得ることができなかった。また、V-O-Br の観察も行った。本物質についても長時間の電子線放射で分解する挙動はあったものの、電子線回折像・原子分解能像を取得することができた (図 1)。しかし、結晶構造の同定に最重要である 100, 010 入射の視野を取得するには、至らなかった。</p>
<p>図・表・数式 1 Figures, Tables and Equations 1</p>	 <p>図 1. パナジウム酸ハロゲン化物の電子線回折</p>
<p>その他・特記事項 (参考文献・謝辞等) Remarks (References and Acknowledgements)</p>	

DOI (論文・プロシーディング) DOI (Publication and Proceedings)	
口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[1] Oral Presentations etc.	Sb doping into triple fluorite oxychloride photocatalysts Bi ₂ YO ₄ Cl and the control of lone pair activity
特許出願件数 Number of Patent Applications	0件
特許登録件数 Number of Registered Patents	0件