(c)超高圧電顕・環境電顕を活用したその場観察

## グラフェンサンドイッチによる超高圧雰囲気電子顕微鏡観察法

一般財団法人ファインセラミックスセンターナノ構造研究所 佐々木祐生 川崎 忠 寛

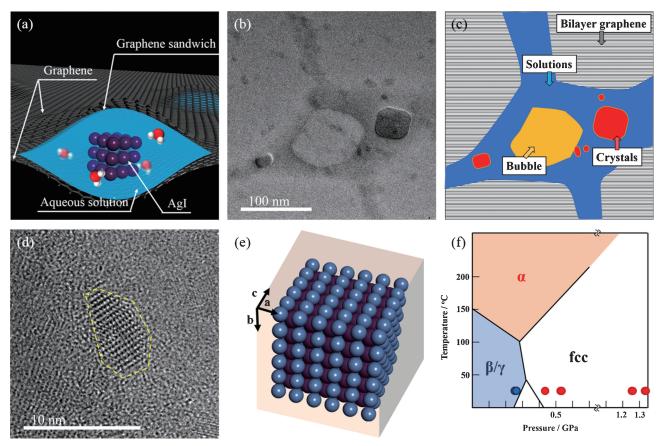


Fig. 1 (a) グラフェンサンドイッチの模式図. (b) グラフェンサンドイッチの低倍 TEM 像. (c) (b) の TEM 像の色分け図. (d) ヨウ化銀を挟んだ際の TEM 像(破線内側がヨウ化銀の微粒子). (e)  $\alpha$ -ヨウ化銀の構造モデル. (f) ヨウ化銀の相図 (図中・は本研究で観察された $\Theta$ 6 相と $\Theta$ 4 相. 圧力はポケットの形状から計算).

我々のこれまでの研究により、炭素原子1層からなるグ ラフェン2枚の間に液体を挟むグラフェンサンドイッチ構 造(Fig. 1(a, b, c))を作製することで、真空を必要とする電 子顕微鏡において高分解能な液中観察が可能となった(1). こ のグラフェンで挟まれる空間には1GPaを超える圧力が掛 かっていることが予想され、実験的にも圧力を示唆するデー タが報告されている<sup>(2)</sup>. このグラフェンサンドイッチを透明 な超高圧の反応釜として利用することで、これまで不可能だ った高圧雰囲気下での動的かつ直視的な観察が可能となる. グラフェンサンドイッチによる圧力は,挟まれたポケットの 形状に強く依存するため、一度の試料作製で何千何万と生成 されるサンドイッチ構造の形状差異による圧力分布と、観察 時の温度を調整することで簡単に複数の環境を作り出せる. 今回は観察の一例として、ヨウ化銀(AgI)を挟んだ際の観察 結果を示す(Fig. 1(d)). 観察は室温,透過型電子顕微鏡に て行った. 観察された AgI のフーリエ変換による解析を行

ったところ,そのほとんどが高圧(高温)相である体心立方晶  $(\alpha \text{ H})$ であった(Fig. 1(e, f)).

2次元空間に閉じ込められたことでバルクの相図とは一致していない。この結果は,グラフェンサンドイッチを利用したことで,超イオン伝導性を示す高温相として知られる  $\alpha$ -AgI を常温常圧で維持でき,しかも真空下での観察や解析が行えることを示している。常温での観察以外に,試料加熱による高温高圧下での動的観察など様々な材料や試験への応用が可能である。

## 文 献

- (1) Y. Sasaki, et al., Chem. Phys. Lett., 650(2016), 107-112.
- (2) K. S. Vasu, *et al.*, Nature Comm., **7**(2016), 12168. (2018年8月1日受理)[doi:10.2320/materia.57.610]

High–pressure Electron Microscopy with Graphene Sandwich; Yuki Sasaki and Tadahiro Kawasaki Keywords: *in–situ observation, graphene, high–pressure* 

TEM utilized: JEM-2100FC (60 kV)

610 特 集