## 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 $\bigcirc \beta$  相と $\bigcirc \alpha$  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 (α相)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 α-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

- Y. Sasaki, *et al.*, Chem. Phys. Lett., **650**(2016), 107-112.
  K. S. Vasu, *et al.*, Nature Comm., **7**(2016), 12168.
  (2018年8月1日年3月)「doi:10.2220/materia.57.610]
  - (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)