

19p-F7-4

イオン液体を用いた in situ 電子顕微鏡観察技術の開発

Development of In Situ Electron Microscopy Techniques Using Ionic Liquid

阪大院工¹, 名古屋大院工² ○桑畑 進¹, 上松太郎¹, 津田哲哉¹, 鳥本 司²Osaka Univ.¹, Nagoya Univ.², °Susumu Kuwabata¹, Taro Uematsu¹, Tetsuya Tsuda¹,Tsukasa Torimoto²

E-mail: Kuwabata@chem.eng.osaka-u.ac.jp

イオン液体は、室温でも液体状態である塩である。液体でありながら、蒸気圧が極めて低いために蒸発しない。かつ、イオン導電性を有し、色々な物質を溶解することから、エコフレンドリーな溶媒、電解液、機能性溶媒などへの用途が考案されており、基礎および実用的研究が繰り広げられている。この蒸気圧の低さは、大気圧下のみならず高真空中でもイオン液体の蒸発させないほどのものである。この事実を知った演者らは、本来は固体材料を対象とする真空計測や真空材料加工器にイオン液体を導入することを思い付き、実験を開始した。最初の試みとしてイオン液体を走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察してみたところ、全く帯電することなくイオン液体を観察できることを見出した (Figure 1)。すなわち、イオン液体は電子顕微鏡に対して導電性の液体として振舞うことが解った。

電子顕微鏡観察は試料を真空中に置かなければならず、液体を導入できない装置と位置づけられていた。しかし、化学反応の溶媒として機能するイオン液体を導入すれば、反応を行いながらそれを in situ に電子顕微鏡観察することが可能となる。例えば、 Ag^+ イオンを溶解したイオン液体を特製のセルに入れ、それを SEM の真空チャンバの中にいれて観察しながら Ag イオンの電気化学的還元による Ag 析出を行ったときの SEM 像の時間変化を Figure 2 に示す。過電圧を比較的大きくして Ag^+ の拡散が律速する条件で析出を行ったので、針状の Ag 金属が析出してデンドライト形状の析出物として成長する変化を動画として捕らえることができた。この手法をさらに発展させて、透過型電子顕微鏡 (TEM) による in situ 観察も行える方法を開発しており、その具体例は当日の発表で披露するつもりである。

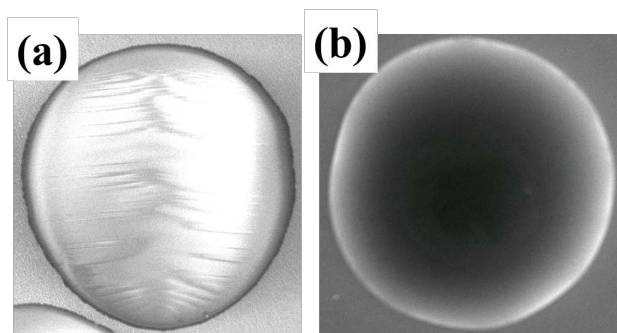


Figure 1 SEM images of silicon oil drop (a) and ionic liquid (BMI-BF₄) drop (b).

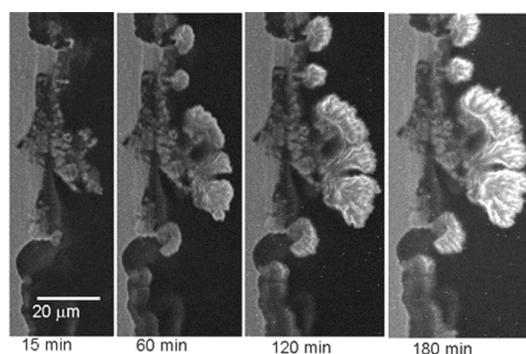


Figure 2 In situ SEM observation of electrochemical deposition of Ag from ionic liquid.