

地球環境と調和する物質変換の基盤科学の創成
2022 年度採択研究代表者

2022 年度
年次報告書

熊谷 明哉

東北大学 材料科学高等研究所
准教授(ディステイングイッシュトリサーチャー)

ナノ電気化学-ラマン分光の同時計測オペランド顕微鏡の開発

研究成果の概要

本研究では、ナノ電気化学ーラマン分光の同時計測手法を開発する。そのため、第一年次は主にその計測手法の応用先となる電気化学反応を有するエネルギーが関与する物質変換材料を検討した。始めにナノ電気化学反応を走査型電気化学顕微鏡の一種であるナノ電気化学セル顕微鏡を用いてナノスケールでの電気化学反応の反応性の可視化と評価を行った。例えば、グラフェンを HOPG 表面のへき開、もしくは CVD 法を用いて、数層のグラフェンを作製し、そのエッジ領域とベール面で起こるエネルギー貯蔵・変換プロセスであるリチウムイオンの脱離挿入反応や酸素還元反応や水素発生反応などの電極触媒反応を検討した。その結果、顕微鏡を利用したナノスケールで起こる電気化学反応のマッピング結果から、エッジ領域の反応性を定量的に評価し、ベール面と比較した。特に、ナノ電気化学セル顕微鏡の CV 測定にてリチウムイオン脱離挿入反応を検証した際に、顕微鏡の探針であるガラスピペット内に充填した電解液である有機溶媒の分解反応は、エッジ領域でのみ起こり、構造欠陥の無い清浄なグラファイトの六員環構造のベール面ではほとんど観測されないことを見出した。また、電極触媒反応においては、他の遷移金属ダイカルコゲナイトなどの二次元材料を用いて、二酸化炭素還元反応や窒素還元反応の検討も可能であることを確認した。計測時には測定雰囲気制御や電解液の条件検討なども行い、バルク体での計測系と同等の計測も可能となった。以上のように、多様な電気化学反応での検証することで物質変換材料の応用性の高さを実証できた。さらに、顕微鏡の開発にあたり、ナノスケール解析である同時計測手法の空間分解能の改善も検討した。本計測手法はナノ電気化学セル顕微鏡の探針であるガラスピペットの開口径にて規定するため、そのピペットの先鋭化も行い 30 nm 以下の開口径の制御も行った。