

先端研究基盤共用促進事業（先端研究設備プラットフォームプログラム）

顕微イメージングソリューションプラットフォーム

利用報告書

報告日 2023年3月28日

北海道大学創成研究機構長 殿

下記の通り利用結果を報告します。

●利用課題名

高角度分解能電子チャネリング X 線分光による (Ba, K)NF の空孔のイメージング

●申請者情報

機関名：京都大学

部署名：大学院人間・環境学研究科

代表者：高見 剛 特定准教授

●利用期間

2022年11月28日 ～ 2023年1月31日

●利用装置

JEM2100（名古屋大学）委託分析

●利用分野

エネルギー ナノテクノロジー・物質・材料

●利用目的

ポストリチウムイオン電池として注目されるフッ化物イオン電池の室温利用に対して、高いフッ化物イオン伝導率を有する物質の創製が突破口となる。今回、N と F を含む新奇な複合アニオン化合物 $Ba_{2-x}K_xNF_{1-x}$ で比較的高いフッ化物イオン伝導率を達成した。フッ化物イオンの拡散機構を解明するため、空孔の存在を実証する。

●利用結果

合成した試料粉末を大気非曝露で FIB 加工（外部機関委託）したものを、やはり大気非曝露で TEM に搬送し、観察を行った。 $Ba_{1.8}K_{0.2}NF_{0.8}$ の観察例を図 1 に示す。合成した試料粉末の X 線回折と電子回折図形はほぼ一致しているが、試料粒径を判別することができないくらい粒径の小さい多結晶になっていると推察される。数個の試料粉末から FIB 加工を行ったところ、試料によって粒径が異なるが、図 1 からも見て取れるように、共通して数十ナノメートル程度のポイド（白い粒状コントラスト）が多

数観察された。試料組織にはまた本試料は、電子照射に対して脆弱で、図2に示すように、通常の観察条件下数分で構造が変質していく様子が電子回折から観察された。

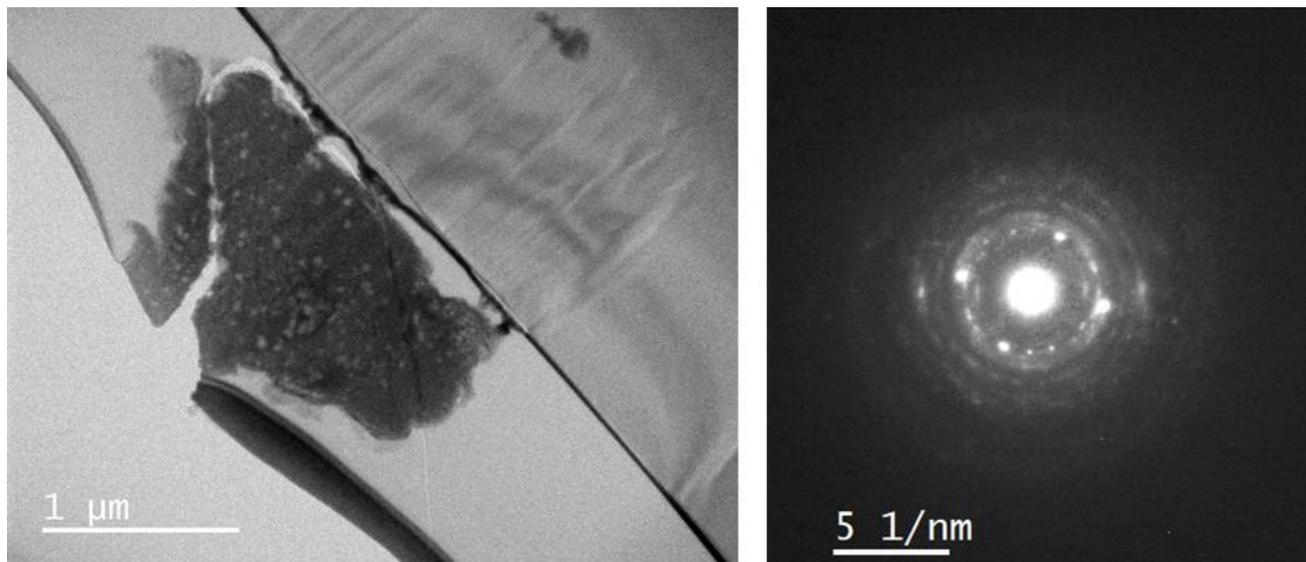


図1 Ba_{1.8}K_{0.2}NF_{0.8} 粉末から FIB 加工した試料の TEM 明視野像 (左) とその中央部分から取得した電子回折図形 (右).

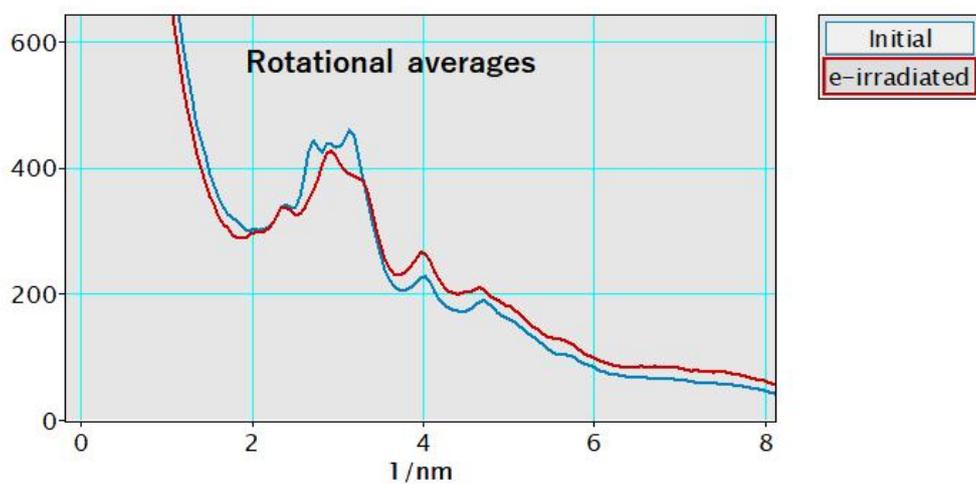
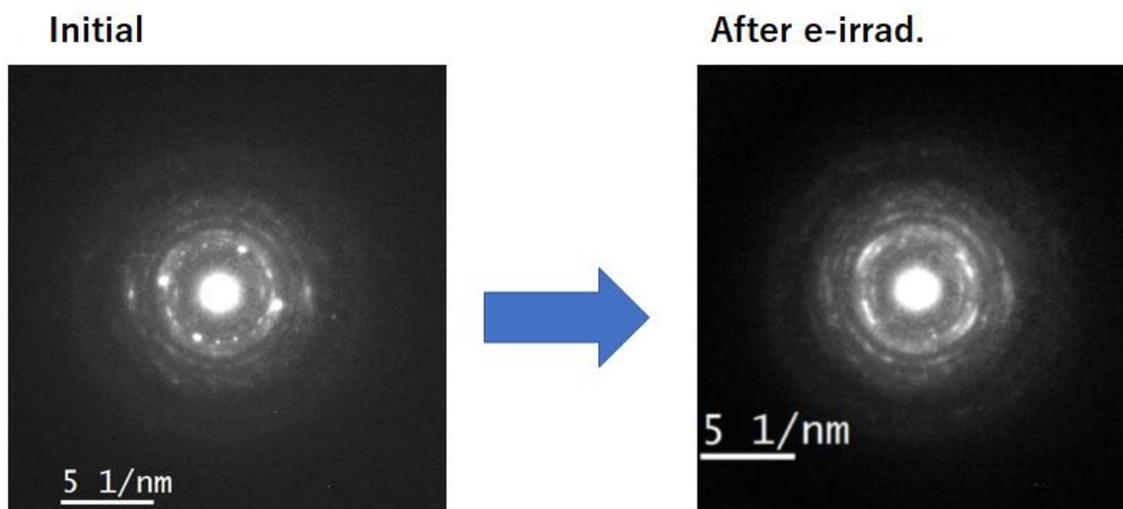


図2 図1の試料に対する電子照射の影響を示す電子回折像図形の変化（上段）とその強度プロファイル比較（下段）.

以上より、残念ながら当初の目的であったフッ素の占有サイトおよび占有率を電子チャネリング実験によって得ることが本年度中では達成できなかった。今後は電子照射による構造変性を防ぐために、大気非曝露で試料冷却ホルダーを経由して TEM へ搬送するなどの装置・設備側の改良を行う必要がある。

●成果公開について

本利用報告書を2023年4月に公開する

-
- 受付番号：C22P0028(名大)
 - 受理日：2023年3月28日
 - 受付担当者：武藤・阿部