

電子線ダメージ低減技術（RED法）の開発 ～アイオノマー分布可視化への応用例～

千葉ラボラトリー（筑波サテライト） 齋藤 智浩・真家 信

1 はじめに

CO₂削減目標達成のため、環境にやさしいエネルギー源の開発が進められております。特に燃料電池は、水素と酸素を反応させて電気を生成する過程での排出物は水のみであって有害物質を排出しないことから、持続可能なエネルギー源の1つとして注目されています。

電気エネルギーへの変換効率を高めるためには、電極触媒をより効率良く作用させる必要があります。そのためには、電極触媒層中のプロトン伝導体として機能する有機系アイオノマーを適切に分散させることが必要です。

従って、燃料電池の研究開発にはアイオノマー分布の鮮明な可視化が重要であり、当社はそのための前処理技術を開発しました。

2 アイオノマー分布可視化前処理技術（表1）

従来、アイオノマー分布の可視化には、アイオノマーをセシウム(Cs)等で染色し、電子顕微鏡で観察する手法が用いられてきました。しかし、染色によるコントラストと、試料厚みおよび重なりによるコントラストとを明瞭に区別することが難しく、正しく分布を可視化することが困難でした。

我々は、アイオノマー成分をエネルギー分散型X線分光(EDX: Energy dispersive X-ray spectroscopy)でマッピングすることにより、アイオノマー分布を可視化することを考えました。しかし、分布を可視化出来るほど鮮明なEDXマッピング像を取得するためには、電子線強度を強くし、マッピング時間を長くしなければなりません。そのような測定では、EDXマッピング中にアイオノマー成分が消失してしまうなどの試料ダメージが発生してしまいます。

そこでEDXマッピングの最中に電子線ダメージをほとんど受けないダメージ低減処理法^{*)}(RED法: Reduction of Electron Damage)を開発し、アイオノマー分布の可視化に成功しました。

3 アイオノマー分布可視化事例

図1に、アイオノマー分布可視化事例を示します。クライオFIB(Focused Ion Beam)により、燃料電池電極の薄片を作製し、RED処理を行った後、アイオノマー成分であるフッ素原子のEDXマッピングを実施しました。

アイオノマーは触媒層全体に均一に分布しているのではなく、分布にばらつきが生じていることが確認できました。

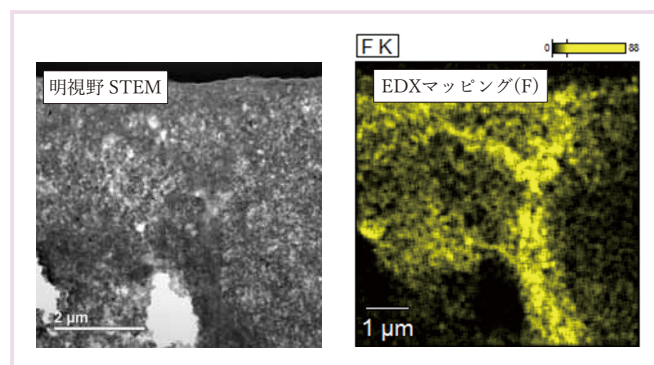


図1 クライオFIB→RED処理→EDXマッピング法によるアイオノマー分布可視化

4 電子線ダメージを受けやすい材料への応用

燃料電池の効率と安定性をより向上させるためには、アイオノマーの選択や、分散方法の検討が重要になります。

アイオノマー分布の可視化は、燃料電池研究開発に携わるお客様への一助になると考えております。

RED処理は、電池材料以外にも、電子線ダメージを受けやすい材料(排ガス触媒、量子ドット等)への応用が可能です。従来可視化困難であった材料を可視化できるよう引き続き技術向上に努めて参ります。お気軽にご相談いただければ幸いです。

表1 アイオノマー分布可視化法 従来法と当社法との違い

	前処理（薄片化）	前処理（その他）	可視化
従来法	・ミクロトーム ・分散	・染色	・(S) TEM 観察
当社法	・クライオ収束イオンビーム(FIB)法 ・ミクロトーム ・分散	・ダメージ低減処理(RED処理)	・EDXマッピング



齋藤 智浩
(さいとう ともひろ)
千葉ラボラトリー
(筑波サテライト)



真家 信
(まいえ まこと)
千葉ラボラトリー
(筑波サテライト)

^{*)} 特許出願中
特許出願公開番号：特開2022-025001