NiO-Ni 系における還元・酸化反応の透過電子顕微鏡その場観察

名古屋大学大学院生 瀬戸 英人 竹内 宏典 木下 圭介
 名古屋大学100万ボルト電子顕微鏡研究室 荒井 重勇
 名古屋大学大学院工学研究科 佐々木勝寛 黒田光太郎

Fig. 1 NiO の還元と酸化の過程の TEM 像. (a) 室温, $P=4 \times 10^{-6}$ Pa での NiO, (b) 800°C, $P=4 \times 10^{-6}$ Pa での NiO と Ni, (c) 800°C, $P=1 \times 10^{-3}$ Pa での NiO.

Fig. 2 Fig. 1 において丸で囲まれた部分の EELS スペクトル. (d), (e), (f)はそれぞれ(a), (b), (c)に対応.

Fig. 3 Ni の酸化過程の HRTEM 像.

新たに開発されたガス導入ホルダーを用いて、高温における固体-ガス反応の TEM その場観察に成功した⁽¹⁾. 本研究においては、酸化ニッケル(NiO)の還元反応およびニッケル(Ni)の酸化反応を試料の同一場所で動的に観察することができた.

Fig. 1(a)は室温での NiO を示す. 真空度 4×10^{-6} Pa のまま、650°Cまで加熱すると、表面に粒状のもの

が現れはじめ、さらに800°Cまで加熱すると、Fig. 1(b)のように粒が大きく変化した. 粒の部分での EELS スペクトル(Fig. 2(d), (e))に、加熱前は酸素が存在し、加熱後は酸素が存在していないことから、この領域で NiO は Ni に還元したことが確認された.

次に温度を800°Cに保持したまま酸素を導入すると($P=1 \times 10^{-3}$ Pa), Ni 粒の部分が成長し、伸長していった(Fig. 1(c)). EELS スペクトルによる解析(Fig. 2(f))から、酸素が確認され、酸素ガスの導入によって Ni が NiO に酸化したと判断できる. Fig. 3 に酸化過程における高分解能像観察を示す. NiO/Ni の界面において Ni の酸化反応が進行していくことが確認できた.

文 献

- (1) T. Kamno *et al.*: J. Electron Microscopy, **54**(2005), 497-503.
 (2006年 8 月22日受理)

In-situ TEM Observation of Reduction and Oxidation of NiO-Ni System; Hideto Seto*, Hironori Takeuchi*, Keisuke Kishita*, Shigeo Arai**, Katsuhiro Sasaki***, Kotaro Kuroda*** (*Graduate Student. **1 MV Electron Microscopy Laboratory. ***Department of Quantum Engineering, Nagoya University, Nagoya)

Keywords: *in-situ* observation, gas-solid reaction, reduction, oxidation, nickel oxide, nickel

TEM specimen preparation: Crashing in a mortar TEM utilized: Hitachi H-9000(300 kV) with Gatan GIF