## 科学研究費助成事業



#### 今和 5 年 6 月 1 2 日現在



研究成果の概要(和文): 透過電子顕微鏡(TEM)その場観察により得られる2次電池充放電時のLiおよび電 極材料の原子レベルでの挙動解析の知見を基に、安全性が高くハンドリングが容易で高性能なLi系負極の開発を 行った。 イオンビーム照射手法を用い、金属Liが母材炭素中に分散するLi-Cナノ複合材膜の室温合成を行った。本Li-C

複合材は、グローブボックスなどの特段の環境を必要とせず大気中での安定な取り扱いが可能であり、金属Li状態が保持された。本材料の半電池特性及びグラフェン電極とのナノ電池構成を用いたTEM観察の結果、内臓金属 Liは電気化学過程に十分寄与し、電極活物質として有望であることが格子像観察からも明らかにされた。

研究成果の学術的意義や社会的意義 低炭素社会の実現は焦眉の急であり、また近年多発する自然災害時のライフラインの確保の観点からも、現在よ 1000家社会の実現は無自の急てあり、また近年多先する自然災害時のワイクワイクの確保の観点からも、現住よ りもさらに高容量、高エネルギー密度で、かつ安全性が高く低価格な二次電池開発は急務である。負極材料に金 属Liを用いることができれば、その先の究極の二次電池とも称されるLi空気電池への展開も可能となる。他方、 金属Liは水と反応すると激しく燃焼するなど保管、取り扱いに難を有する。本研究で開発された金属Li含有Cナ ノ複合材は、その保管、取り扱いにグローブボックス等の特段の環境を必要としないことから実用上重要であ る。学術的にも全固体電池の充放電その場TEM観察技術の確立に道を拓いている点で極めて意義深い。

研究成果の概要(英文): A highly safe, easy-to-handle, and high-performance Li-based anode material was developed based on the in-situ transmission electron microscopy (TEM) observations of the behavior of Li between electrodes at the atomic level during charge-discharge process. A Li-C nanocomposite film in which metallic Li is dispersed in the carbon matrix was synthesized at room temperature using an ion-beam irradiation technique. This Li-C nanocomposites could be safely handled without a glove box, and the metallic Li state was preserved after the air exposure. From the Half-cell analyses of the Li-C nanocomposites and the in-situ atomic resolution TEM observations using a nano-battery configuration with a graphene electrode, it was concluded that the embedded metallic Li was well available for the electrochemical process and would be promising as the electrode active material.

研究分野:ナノ材料の合成と評価

キーワード: 2次電池 負極 リチウム 透過電子顕微鏡 その場観察

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等に ついては、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

1. 研究開始当初の背景

パソコン、携帯電話、電気自動車などで充電式のLiイオン電池(Liイオン2次電池;LIB) は広く実用化され、ノーベル賞にも至っている。しかしながらノーベル賞の吉野博士の言にある 通り、LIBにはまだまだ未解明な部分が多く、実用的にも、高容量化、高エネルギー密度化、高 安全性、低価格化など、まだまだ克服すべき課題が山積しているのも事実である。

現在 LIB では可燃性の電解液が使用されているが、これを全固体型に置き換えることができ れば、漏液せず安全性が高く、加えて、広い温度域での使用やセル内直列構造による高電圧化、 安全機構等の簡易化による高エネルギー密度化が期待できる。この時、負極に金属 Li を用いる ことができれば、更に高エネルギー密度が実現可能になる。また、現状の LIB の5倍以上の、 理論上あらゆる2次電池の中で最も高いエネルギー密度が達成できるとされる Li 空気電池もい よいよ現実味を帯びてくる。従って、全固体2次電池、Li 空気電池いずれにも道を拓く負極に 使用可能な「安全な Li 系材料負極」の開発は次世代電池開発の根幹をなす。

一方、金属 Li は非常に反応性が高く水と反応すると激しく燃焼するため、その保管、ハンド リングには注意を要する。電池として発火の危険性も抱える。全固体2次電池、Li 空気電池に 展開するためにも、2次電池の負極に用いることができる、ハンドリングが容易で安全な、電池 動作上も安全で安定な Li の形態はないものであろうか。本研究では、この問題の解決に、我々 独自の技術であるイオンビーム照射手法による炭素系ナノ構造・複合材料作製技術とその場透 過電子顕微鏡(TEM)観察技術を用いて取り組む。

#### 2. 研究の目的

上述のように Li は反応性が高く、そのため保管および電池の作製プロセスでもグローブボックスは欠かせない。まずはこの点を克服できないものであろうか。これまで我々は独自のイオンビーム照射手法を用いた合成手法で、1次元ナノカーボン材料であるカーボンナノファイバー(CNF)の室温合成、非晶質カーボンに種々の金属ナノ粒子を含有させた金属ナノ粒子-C複合材の開発を行ってきた[1,2]。これら金属ナノ粒子-C複合材では、大気暴露・保管後も、含有された各種金属ナノ粒子は金属状態を保持している。この事実を基に、本技術を Li に適用し、Li-Cナノ複合材料を合成することで、保管、ハンドリングが簡便で、電池作製に必ずしもグローブボックスをも必要としない、安定で安全な Li 系材料の開発を行う。

3. 研究の方法

#### (1) Li-C 複合材料合成装置の構築

現有の金属—C複合材料合成用のイオンビーム照射装置は、カウフマン型イオン源(イオンビ ーム径3cm)、および試料台からなるシンプルな真空槽である[3, 4]。炭素基板近傍に含有させ たい金属小片を配置し、炭素基板と金属小片の何れにもAr<sup>+</sup>イオンビームを同時に室温照射する。 これによって、イオンビーム照射で叩き出された金属原子が炭素基板に堆積すると同時に、炭素 基板上でもイオンビームによるスパッタリング(叩き出し)が生じる。その結果、炭素基板表面 にはスパッタリングされた表面に特有の円錐状突起が高密度に形成され、その表面には金属粒 子が分散含有された炭素層(金属—Cナノ複合材料層)が形成される。この金属小片に金属Li小 塊を用い、Li-Cナノ複合材料の合成を行う。このLi-Cナノ複合材について、他の金属種同様に、 大気暴露・保管後も、含有されたLiは金属状態を保持するか否かの確認を行う。

この現有装置の方法では、炭素基板上で合成過程(Li の堆積過程)と破壊過程(スパッタリングによる叩き出し)が共存するため、Li-C 複合材層を無限に厚くすることができない。そこでイオンビーム照射によって放出される Li と C を別の基板上に成膜する Li-C ナノ複合材料合成装置を新たに構築し、成膜及びそれに続く充放電その場 TEM 観察、電池特性評価を行った。

#### (2) Li-C 複合材料の充放電その場 TEM 観察

TEM 観察では、試料は電子線が透過できるように十分に薄くなければならない。通常は収束イ オンビーム法、イオンミリング法などの手法でバルク材料を薄片化し TEM 試料として供するが、 照射損傷に敏感な Li 系の試料ではこの後処理行程を用いることができない。そこで本研究では、 この薄片化の後処理行程を必要としない基板として、ナノ突起群を金属箔(ここでは金箔を用い た)端面に形成する起毛化技術開発を先ず行い、この起毛化基板上に上述の Li-C ナノ複合材料 を室温堆積することで、薄片化後処理行程を必要としないその場 TEM 観察手法を確立した。充放 電現象を TEM 中で行うには対向電極も必要となる。対向電極には多層グラフェン被覆された W 探 針を開発しこれを用いた。その場 TEM 観察には、原子分解能分析電子顕微鏡(JEM-ARM200F; JEOL) を、充放電のための電流-電圧測定可能な TEM 試料台には、EM-Z13200TSCOH (JEOL) を用いた。 合成された Li-C 複合材の電池特性評価のために、平板状(1 x 1 cm<sup>2</sup>) 金箔電極上および TEM 観察用の起毛化金箔端面電極上に成膜された Li-C 複合材について半電池(half-cell)を構成 し、サイクルテストを行った。電解質には、一般的な六フッ化リン酸リチウムを用いた。

4. 研究成果

(1) イオン照射手法による Li-C ナノ複合材料の室温合成

作製された典型的な円錐状突起の TEM 像を図1に示す[5]。合成された試料の TEM 装置への移送は大気中で行われ、グローブボックス内での操作など特別な配慮は行っていない。図1(a)は低倍の TEM 像であり、円錐状の突起形状が明らかである。先端には極短いながら CNF の形成も生じている。TEM 像は黒色コントラストの内殻と灰色コントラストの外皮層からなるコアシェル構造であることが分かる。外皮層の box 部分(赤色)の高分解能 TEM 像を図1(b)に示す。非晶質の領域と格子縞が確認できる結晶相から成っていることが分かる。挿入図は FFT 図形(高速フーリエ変換図形;電子回折像に相当)である。FFT 図形でも、非晶質層を示すハローパターンと結晶相を示す規則的な回折スポットの重畳である。図1(b)中の box 部分(白色)の更に高分解能 TEM 像(格子像)を図1(c)に示す。明らかに規則的な点列(原子層列)と非晶質部から構成されている。規則的な点列の間隔は0.24 nm であり、金属 Li(110)の面間隔に合致する。従ってこの結晶相は金属 Li である。金属 Li の存在はこの部分の電子エネルギー損失分光(EELS)スペクトル(図1(d))からも明らかである。

他の金属-C複合材料系同様、極めて反応性が高いLiにおいても本イオン照射手法で合成された非晶質炭素層中に分散するLi粒子は金属状態を保持しており、グローブボックスなどの特段の配慮なくとも安全に金属状態を保持できる点は特筆に値する。

(2) 平板状金電極上に室温合成された Li-C ナノ複合材料の電池特性評価

電池特性を評価するため、モデル試料として平板状金箔電極に Li-C 複合材料膜を室温合成した後、半電池を組み立て、充放電特性評価を行った。結果を図2に示す。定電流値 0.1 µ A、電圧範囲 0.2~3 V の充放電サイクルテストでは、99サイクルの充放電後でも顕著な劣化は認められず安定に動作することが再現性良く確認された。



図1 炭素基板上に形成された外皮層に Li-C 複合材層を 有する円錐状突起の TEM 結果 [5]

図2 Li-Cナノ複合材の 充放電特性結果

#### (3) その場 TEM 観察用起毛化金箔端面電極の室温形成

固体表面へのイオン照射では照射表面にしばしば円錐状突起(cone)、ナノロッド、さざ波構造などの特有のナノ構造が室温照射でも形成される。ここでは、典型的な高スパッタ収率材料である金箔表面へのAr<sup>+</sup>イオン照射時に、典型的な低スパッタ収率材料である炭素原子の同時供給を行い、Au ナノ突起群の高密度室温形成(起毛化金箔端面電極の形成)を実現した。

スパッタ速度約 48 nm/min、炭素供給速度 0.6~1.2 nm/min で形成された Au ナノ突起群の典型的な走査電子顕微鏡 (SEM; JEM 5600(JEOL))像、TEM 像を図 3、図 4 にそれぞれに示す[6]。 SEM 像から、炭素供給速度に応じて、痩身のナノロッド構造から鉛筆状構造、cone 構造、頂角の広い cone 構造までの幅広い形態のナノ構造の室温形成が可能であることが分かる。

結晶構造観察結果(TEM像;図4)では、黒色コントラスト部はAu、灰色コントラスト部は炭素である。炭素供給量が多い領域(図4(a))では炭素領域が痩身のナノロッド構造が大部分を占め、黒色コントラストの金ナノ粒子が炭素母材中に分散する特徴を呈する。供給炭素量の減少に伴いスパッタプロテクションとしての炭素の役割を反映するように cone 先端部のみで炭素領域が認められる構造(図4(d))となる。なお、図4中の挿入図は box 部の高倍率 TEM 像であり、

青、赤色円で示された領域では Au(200)、Au(111)の格子像が観察されている(黒色コントラス ト部が Au であることの証左)。従って、イオン照射時の同時炭素供給量によって、Au ナノ構造 群の形状のみならず、その結晶構造をも制御可能であることが分かる。その場 TEM 用 Au 起毛化 基板としては鉛筆状構造あるいは cone 構造(図4(c)、(d)に対応)を用いることとした。



図3 Au ナノ突起群の SEM 像。 炭素堆積速度(a) 1.2、(b) 0.9、(c) 0.8、(d) 0.7、(e) 0.6 nm/min [6]



図4 Au ナノ突起群の TEM 像。 炭素堆積速度(a) 1.2、(b) 0.9、(c) 0.8、(d) 0.7 nm/min [6]

(4) 起毛化金箔端面電極上へのLi-Cナノ複合材料の室温合成

前節で技術開発された起毛化金箔端面電極上へのLi-Cナノ複合材料の室温合成を行った。詳細なTEM 観察結果を図5に示す[6]。低倍率TEM 像(図5(a))に示すように、成膜方向はcone 斜面Side B方向からである(そのため、Side A と Side Bでは膜厚に差が生じている)。黒いコントラストの cone 形状が起毛化金箔であり、灰色コントラスト部がLi-Cナノ複合材料膜である。本試料は、起毛化金箔端面電極(基板)をTEM 試料台に装着するために大気中でグローブボックスも用いずに小片に切り出しただけであり、TEM 観察のための薄片化後処理を全く行っていない。金電極基板とLi-C 膜の断面観察様のTEM 像が極めて簡便に得られていることが分かる。

図5(b)に、Side A 部での高倍率 TEM 像を示す。非晶質相の膜中に結晶相を示す格子縞が確認 される。青色円部、赤色円部の格子像を図5(c)、(d)にそれぞれ示す。格子縞の間隔はそれぞれ 0.24、0.259 nm であり、金属Li(110)およびLi<sub>2</sub>0(111)の面間隔と一致する。図1同様、Li-C 複 合膜でも金属Li 粒はその金属状態を保持し非晶質炭素中に分散していることが分かる。膜の端 部ではLi は酸化物を形成している。これらの特徴は、EELS スペクトルからも明らかである(図 5(e)、(f))。なお、図5(f)では、膜端面でよりLi が顕著に検出されているが、これは膜端部 ではLi-C 膜の膜厚が薄いために EELS ピークが顕著に検出されているためであり、内部ではLi が少ないことを表しているわけではない。



図5 起毛化金箔端面電極上に室温成膜された Li-C ナノ複合材料膜の TEM 像。(a)低倍率 TEM 像(挿入図は点線 box 部の拡大像)、(b)高倍率 TEM 像。(c)、(d)図5(b)中の青色円部、赤色円部の格子像。(e) Li-C 膜部の EELS 解 析部、(f)対応する EELS スペクトル [6]

起毛化金箔端面電極上に室温成膜されたLi-Cナノ複合材料膜について、充放電過程の極初期 段階での挙動を解析するため、半電池を構成し2サイクルの充放電を行った後、再びTEM 観察を 行った。結果を図6に示す[6]。低倍率のTEM 観察像(図6(a))から、オリジナルのLi-Cナノ 複合材層の更に外皮に新たな層が形成されていることが分かる。その拡大像(図6(b))では、 結晶相を示す顕著な2種類の格子縞が確認される。詳細な格子像観察の結果(図6(c)、(d))そ れらはLi<sub>2</sub>0およびLiFであることが分かる。LiFは典型的な固体-電解質界面(Solid Electrolyte Interphase (SEI))物質である。即ち、僅か2サイクルの極初期の充放電過程でSEIが形成され ることが分かる。このSEIの形成については、平板金電極上に成膜されたLi-Cナノ複合材料膜 の充放電後のX線光電子分光(XPS)スペクトルでも確認された。



図 6 充放電 2 サイクル後の TEM 像 (a) 低倍率像、(b) 高倍率像。挿入図は部 分拡大図。(c)、(d) 図 6 (b) 中の A 部 (Li<sub>2</sub>0) および B 部 (LiF) の格子像。[6]

(5) グラフェンコートタングステン探針の合成

電気化学プロセスによる Li-C ナノ複合材と対向電極間での Li の挙動を調べる第一歩には、 対向電極としてグラフェンのような初期状態で Li を含有していない層状の炭素材料は有用であ る。そこで、Li-C ナノ複合材に局所的に接触させ充放電を TEM 内で行うための対向電極として、 プローバー用導電性ナノプローブとして用いられている W 探針 (P-100WP;(株)ユニソク)への 多層グラフェン低温コート技術を開発し、対向電極とした。グラフェン合成には化学気相合成 (CVD) 法が一般的であるが、一般に CVD 法によるグラフェンの合成温度は約 1000℃あるいはそ れ以上と高温であり、それによる W 探針先端の変形などトラブルが懸念される。これを回避する ため、Ni 触媒を用いた固相反応法による多層グラフェン低温合成法技術の開発を試みた。

W 探針に Ni-C 複合膜を室温成膜し、その後、500℃、30 分の真空加熱を行った。真空加熱によって金属 Ni 層とグラフェン層が相分離を生じ、Ni 層を内包するように多層グラフェン層が形成された(図7)。格子像観察から、多層グラフェンの層間は 0.334 nm であり、グラファイト(002) 面の面間隔とよく一致していた。



図7 W 探針上に低温合成され た多層グラフェン層のTEM像(挿 入図中のbox部の高倍率TEM像; 挿入図はW探針の低倍率TEM像)



 図8 ナノバッテリー構成での電圧印加後のその場 TEM 観察結果。
(a)ナノバッテリー構成、(b)グラフェン電極接触部の Li-C ナノ 複合材 側 TEM 像、(c) グラフェン電極接触部のグラフェン電極側 TEM 像、
(d) グラフェン電極接触部周辺(非接触部)のグラフェン電極側 TEM 像

(6) Li-C ナノ複合材料の充放電その場 TEM 観察と更なる展開

簡便に断面 TEM と同等の観察を可能とする起毛化金箔端面電極、その上へのLi-Cナノ複合材 膜の成膜、対向電極としての多層グラフェンコートW探針のすべてを融合し充放電その場 TEM 観 察用ナノバッテリーを試作した(図8(a))。電圧(2 V)印加後の各部位での TEM 像を図8(b)-8(d)に示す。Li-Cナノ複合材の合成から TEM への移送時の大気暴露によってLi酸化物が形成 されたが、電圧印加後はその酸化物の形成がより顕著であった(図8(b))。この酸化物は固体電 解質として働き、電圧印加によって Li-C ナノ複合材から放出された Li がグラフェン電極に移 動しグラフェンの層間に挿入された((図8(c))。即ち、内臓金属 Li は電池の電気化学反応に十 分寄与することが示された。この Li のグラフェン層間への挿入は、Li-C 複合材とグラフェン電 極の直接的な接触部のみならず、その周辺部の非接触部のグラフェンにもおよび、また、グラフ ェン表面で Li プレーティングがすでに起こり始めていることも明らかにされた((図8(d))。

将来的な次なるステップはLi-Cナノ複合材に最適合する正極材料開発、及びLi-Si-Cナノ複 合材への拡張とその場 TEM 観察である。その試金石としてSi-Cナノ複合材の合成も行い、真空 加熱によりSi 微粒子表面でのグラフェン形成が可能であった[7]。これによりSi 系負極の欠点 であるLiの出入りに伴う体積変化を抑制できると期待され、Li-Si-C系への期待が膨らむ。Ni-Cナノ複合材の合成も行い、優れたキャパシター特性を有することも明らかにされた[8]。以上 のように、本合成手法とその場 TEM 手法の組み合わせは幅広いエネルギー材料開発に活用でき ると期待される。

#### 引用文献

- [1] M. Z. M. Yusop 他, ACS Nano, 6 (2012) 9567-9573.
- [2] S. Sharma 他, Carbon, 132 (2018) 165-171.
- [3] M. S. Rosmi 他, Scientific Reports, 4 (2014) 7563.
- [4] C. Takahashi 他, Carbon, 75 (2014) 277-280.
- [5] S. Sharma 他, Nanomaterials, 10 (2020) 1483-1-8.
- [6] W. M. Lin 他, Applied Surface Science, 613 (2023) 156011.
- [7] Y. Yaakob 他, Materials Today Communications, 32 (2022) 104081.
- [8] T. Akiyama 他, RSC Advances, 12 (2022) 21318-21331.

## 5.主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計5件(うち査読付論文 5件/うち国際共著 5件/うちオープンアクセス 3件)	
1.著者名 Elnobi Sahar、Sharma Subash、Ohsugi Tetsuya、Paudel Balaram、Kalita Golap、Yusop Mohd Zamri Mohd Ayban Muhammed Emre, No Zhen Quan Cavin, Chua Daniel H. C., Tanemura Masaki	4.巻 2
2.論文標題 One-step synthesis of spontaneously graphitized nanocarbon using cobalt-nanoparticles	5 . 発行年 2020年
3.雑誌名 SN Applied Sciences	6 . 最初と最後の頁 2147-1~2147-7
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子) 10.1007/s42452-020-03934-1	 査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である)	   国際共著   該当する
1 . 著者名 Sharma Subash、Osugi Tetsuya、Elnobi Sahar、Ozeki Shinsuke、Jaisi Balaram Paudel、Kalita Golap、Capiglia Claudio、Tanemura Masaki	4.巻 10
2 . 論文標題 Synthesis and Characterization of Li-C Nanocomposite for Easy and Safe Handling	5 . 発行年 2020年
3.雑誌名 Nanomaterials	6.最初と最後の頁 1483-1~1483-8
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子) 10.3390/nano10081483	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である)	国際共著 該当する
1.著者名 Lin Wei Ming、Yoshida Takumi、Suresh Giri、Pradeepkumar Gupta Vikaskumar、Ozeki Shinsuke、Oyama Kento、Akiyama Tatsuya、Yaakob Yazid、Asaka Toru、Yong Yang、Miyazaki Hidetoshi、Sonoyama Noriyuki、Tanemura Masaki	4.巻 613
2.論文標題 Controllable fabrication of Au-nanoprotrusion arrays as a platform for the materials design and characterization	5 . 発行年 2023年
3 . 雑誌名 Applied Surface Science	6.最初と最後の頁 156011~156011
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.apsusc.2022.156011	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する
1.著者名 Yaakob Yazid、Lin Wei Ming、Rosmi Mohamad Saufi、Yusop Mohd Zamri Mohd、Sharma Subash、Chan Kar Fei、Asaka Toru、Tanemura Masaki	4.巻 32
2 . 論文標題 Study of structural and electrical behavior of silicon-carbon nanocomposites via in situ transmission electron microscopy	5 . 発行年 2022年
3.雑誌名 Materials Today Communications	6 . 最初と最後の頁 104081~104081
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.mtcomm.2022.104081	査読の有無 有
オープンアクセス	国際共著
オーブンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	該当する

1.著者名	4.巻
Akiyama Tatsuya, Nakanishi Shuhei, Yaakob Yazid, Todankar Bhagyashri, Gupta Vikaskumar	12
Pradeepkumar, Asaka Toru, Ishii Yosuke, Kawasaki Shinji, Tanemura Masaki	
2.論文標題	5 . 発行年
One-step and room-temperature fabrication of carbon nanocomposites including Ni nanoparticles	2022年
for supercapacitor electrodes	
3. 雑誌名	6.最初と最後の頁
RSC Advances	21318 ~ 21331
掲載論文のDOI(デジタルオプジェクト識別子)	査読の有無
10.1039/d2ra02780a	有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスとしている(また、その予定である)	該当する
	•

#### 〔学会発表〕 計27件(うち招待講演 11件/うち国際学会 21件)

1. 発表者名 Masaki Tanemura, Subash Sharma, Sahar Elnobi, Balaram Paudel Jaisi, Golap Kalita, Yazid Yaakob, Mohd Zamri Mohd Yusop, Ayhan Emre Muhammed

2.発表標題

Controllable synthesis of graphitized nanocarbon based on in-situ TEM observation and their applications

3 . 学会等名

THERAMEC 2021 (11th International conference on processing & manufacturing of advanced materials)(招待講演)(国際学会)

4 . 発表年

2021年

### 1.発表者名

Masaki Tanemura, Subash Sharma, Shinsuke Ozeki, Lin Wei Ming, Yazid Yaakob, Mohd Zamri Mohd Yusop

#### 2.発表標題

```
Development of metal-carbon nanocomposites for the energy-related applications based on in situ TEM observation
```

## 3 . 学会等名

ICSEM 2021 (4th ONLINE INTERNATIONAL CONFERENCE OF SCIENCE & ENGINEERING OF MATERIALS)(招待講演)(国際学会)

4.発表年 2021年

#### 1.発表者名

Subash Sharma, Lin Wei Ming, Shinsuke Ozeki, Takumi Yoshida, Yazid Yaakob, Mohd Zamri Mohd Yusop, Mohamad Saufi Rosmi, Masaki Tanemura

#### 2.発表標題

Low-temperature synthesis and applications of carbon-based nanocomposites

#### 3.学会等名

iFSC2021 (12th International Fundamental Science Congress)(招待講演)(国際学会)

## 4 . 発表年

2021年

Lin Wei Ming, Shinsuke Ozaki, Yazid Yaacob, Subash Sharma, Masaki Tanemura

## 2.発表標題

Ion-Beam fabrication of Conical Li-C Nonocomposite (Li-C NC) for Lithium-ion Batteries Applications

### 3.学会等名

iFSC2021 (12th International Fundamental Science Congress)(国際学会)

#### 4 . 発表年 2021年

1.発表者名

Subash Sharma, Lin Wei Ming, Shinsuke Ozeki, Takumi Yoshida, Yazid Yaakob, Mohd Zamri Mohd Yusop, Mohamad Saufi Rosmi, Masaki Tanemura

#### 2.発表標題

Low-temperature synthesis and practical applications of carbon-based nanocomposites; ~from nanoworld to real world~

#### 3 . 学会等名

W-CAN 2021 (World Congress on Applied Nanotechnology)(招待講演)(国際学会)

#### 4.発表年 2021年

# 1.発表者名

Y. Yaakob, M. S. Rosmi, S. Sharma, and M. Tanemura

#### 2 . 発表標題

Study of silicon-carbon nanocomposite structural and electrical properties for potential anode materials in lithium-ion batteries

## 3 . 学会等名

W-CAN 2021 (World Congress on Applied Nanotechnology)(国際学会)

#### 4.発表年 2021年

## 1.発表者名

Subash Sharma, Lin Wei Ming, Shinsuke Ozeki, Takumi Yoshida, Yazid Yaakob, Mohd Zamri Mohd Yusop, Mohamad Saufi Rosmi, Masaki Tanemura

#### 2.発表標題

Development of metal-carbon nanocomposites at lower temperatures based on in situ TEM observation

#### 3 . 学会等名

29th Scientific Conference of the Microscopy Society Malaysia (29th SCMSM 2021)(招待講演)(国際学会)

4. <u>発</u>表年 2021年

Yazid Yaakob, Mohd Saufi Rosmi, Subash Sharma, Wei Ming Lin and Masaki Tanemura

## 2.発表標題

Structural and Electrical Properties of Silicon-Carbon Nanocomposites for Potential Anode Materials in LithiumIon Batteries

#### 3.学会等名

ISPIasma2022 (14th International Symposium on Advanced Plasma Science and its Applications for Nitrides and Nanomaterials) (国際学会) 4.発表年

## 2022年

#### 1.発表者名

Wei Ming Lin, Shinsuke Ozeki, Takumi Yoshida, Kento Oyama, Tatsuya Akiyama, Yazid Yaakob, Toru Asaka, Noriyuki Sonoyama and Masaki Tanemur

#### 2.発表標題

Controllable Fabrication of Au-Nanoprotrusion Arrays as a Substrate for the Cross Sectional Transmission Electron Microscopy Characterization

#### 3.学会等名

ISPIasma2022 (14th International Symposium on Advanced Plasma Science and its Applications for Nitrides and Nanomaterials) (国際学会) 4.発表年

#### 2022年

## 1.発表者名

Masaki Tanemura

#### 2.発表標題

Which is More Preferable, Reduction or Enhancement of Sputter-Induced Surface Roughening?

## 3 . 学会等名

NANO-SciTech 2022 (International Conference on Nanoscience and Nanotechnology)(招待講演)(国際学会)

#### 4.発表年 2022年

1.発表者名

小関晋輔、Lin Wei Ming、Subash Sharma,園山範之、種村眞幸、Yazid Yaacob

#### 2.発表標題

Li-Cナノ複合材の合成と評価

#### 3 . 学会等名

ナノ学会第19回大会

4.発表年

2021年

Yazid Yaakob, Masaki Tanemura

## 2.発表標題

In situ TEM observation of silicon-carbon nanofiber composites structural transformation via joule heat

3.学会等名
第82回応用物理学会秋季学術講演会

## 4 . 発表年

2021年

#### 1.発表者名

WeiMing Lin, Shinsuke Ozeki, Kento Oyama, Tatsuya Akiyama, Takumi Yoshida, Yazid Yaakob, Toru Asaka, Noriyuki Sonoyama, Masaki Tanemura

2.発表標題

Cross-Sectional Transmission Electron Microscopy Observation of Li-C Nanocomposites Deposited onto Au Protrusions

3.学会等名

第69回応用物理学会春季学術講演会

4.発表年 2022年

## 1.発表者名

Sahar Elnobi Ibrahim, subash Sharma, Golap Kalita, Masaki Tanemura

2.発表標題

Room Temperature Graphitization using Ni Nanoparticles as a catalyst

## 3.学会等名

## 第81回応用物理学会秋季学術講演会

4 . 発表年

2020年

## 1.発表者名

Sahar Elnobi Ibrahim, Subash Sharma, Golap Kalita, Masaki Tanemura

#### 2.発表標題

Room Temperature Graphitization in Solid Phase Reaction Using Ni Nanoparticles

#### 3 . 学会等名

33rd International Microprocesses and Nanotechnology Conference (MNC 2020)(国際学会)

4 . 発表年 2020年

1

Sahar Elnobi, Toru Asaka, Golap Kalita, Masaki Tanemura

#### 2.発表標題

Metal Dependence of Spontaneous Graphitization at Room Temperature

#### 3 . 学会等名

13th International Symposium on Advanced Plasma Science and its Applications for Nitrides and Nanomaterials (ISPIasma2021/IC-PLANTS2021)(国際学会)

2021年

#### 1.発表者名

Sahar Elnobi Ibrahim, Subash Sharma, Golap Kalita, Masaki Tanemura

#### 2.発表標題

One-step synthesis of spontaneously graphitized nanocarbon using Co-nanoparticles

3 . 学会等名

第68回応用物理学会春季学術講演会

4.発表年 2021年

## 1.発表者名

Masaki Tanemura

## 2.発表標題

Green synthesis of metal-carbon nanocomposites for energy-related applications

## 3.学会等名

International conference on Recent Advances In Science and Technology, Humanities and Management (ICRASTHM- 2023)(招待講 演) (国際学会)

4.発表年 2023年

1.発表者名

Masaki Tanemura

#### 2.発表標題

Green synthesis of ion-induced metal-carbon nanocomposites for energy- and bio-related applications

#### 3 . 学会等名

9th Interdisciplinary Symposium on Materials Chemistry (ISMC-2022)(招待講演)(国際学会)

4.発表年 2022年

Masaki Tanemura

## 2.発表標題

Green synthesis of carbon nanocomposites containing metal nanoparticles for supercapacitor applications

## 3 . 学会等名

Asian Conference on Electrochemical Power Sources 11 (ACEPS11)(招待講演)(国際学会)

## 4 . 発表年

2022年

## 1 . 発表者名

Vikaskumar Gupta, Masaki Tanemura

### 2.発表標題

One-Step Fabrication of Ni Nanoparticles Incorporated Carbon Nanocomposites for Supercapacitor Electrodes at Room-Temperature

3 . 学会等名

35th International Microprocesses and Nanotechnology Conference (MNC 2022)(国際学会)

#### 4.発表年 2022年

## 1.発表者名

Lin Wei Ming

## 2.発表標題

In-situ TEM Observation of Electrochemical Process between Li-C Nano-composite and Graphene

## 3 . 学会等名

REGIONAL CONFERENCE ON ENVIRONMENTAL ENGINEERING 2022 (RCEnvE2022)(国際学会)

4.発表年

2022年

1.発表者名 秋山達也

#### 2.発表標題

スーパーキャパシタ電極用Niナノ粒子-炭素ナノ複合材の合成

#### 3 . 学会等名

## 第83回応用物理学会秋季学術講演会

4.発表年 2022年

Masaki Tanemura

## 2.発表標題

Room-Temperature Synthesis of Metal-Carbon Nanocomposites for Energy-Related Applications

3 . 学会等名

17th Asian Conference on Solid State Ionics (ACSSI-2020)(招待講演)(国際学会)

#### 4.発表年 2022年

1.発表者名

Lin Wei Ming

## 2.発表標題

Synthesis of Li-C Nanocomposite and In-Situ TEM Observation of Its Electrochemical Reaction with Graphene

## 3.学会等名

17th Asian Conference on Solid State Ionics (ACSSI-2020)(国際学会)

#### 4.発表年 2022年

## 1.発表者名

Masaki Tanemura

## 2.発表標題

Green synthesis of metal-carbon nanocomposites for energy- and bio-related applications

## 3 . 学会等名

Pan American Ceramics Congress and Ferroelectrics Meeting of Americas (PACC-FMAs 2022)(招待講演)(国際学会)

4 . 発表年

2022年

#### 1.発表者名 Yazid Yaakob

Yazıd Yaakob

#### 2.発表標題

In-situ TEM study on structural and electrical properties of ion-induced germanium / carbon nanocomposites

### 3 . 学会等名

15th International Conference on New Diamond and Nano Carbons (NDNC 2022)(国際学会)

4.発表年 2022年

## 〔図書〕 計1件

1.著者名	4 . 発行年
種村眞幸、Subash Sharma、北澤正志 他、 計82名	2021年
2 . 出版社	5 . 総ページ数
技術情報協会	<sup>983</sup>
3.書名 導電性材料の設計,導電性制御および最新応用展開	

## 〔出願〕 計2件

産業財産権の名称	発明者	権利者
キャパシタ用電極及びキャパシタ用電極の製造方法	秋山達也、種村眞	同左
	幸、川崎晋司、石井	
	陽祐	
産業財産権の種類、番号	出願年	国内・外国の別
特許、特願2021-106144	2021年	国内
産業財産権の名称	発明者	権利者
キャパシタ用電極及びキャパシタ用電極の製造方法	秋山達也、種村眞	同左
	幸、川崎晋司、石井	
	陽祐	
産業財産権の種類、番号	出願年	国内・外国の別
特許、PCT/JP2022/024855	2022年	外国

## 〔取得〕 計0件

〔その他〕

-

## 6 . 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考	

## 7.科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

## 8.本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関			
マレーシア	Universiti Putra Malaysia			