

バルク液中電気化学ホルダー

技術仕様



	1490 Series
Total Electrodes	6
True Reference Electrode	Yes - drift rate less than 0.1 mV/min
True Counter Electrode	Yes
Counter Electrode Material	User's choice of material
Electrolytes	Aqueous, Wide range of organics*
Spacer Range	100nm to 2 μm^*
Heating Capability	Yes
EELS/EDS Compatible	Yes
TEM Compatibility	TFS, JEOL, Hitachi

* Contact us for Custom Configurations

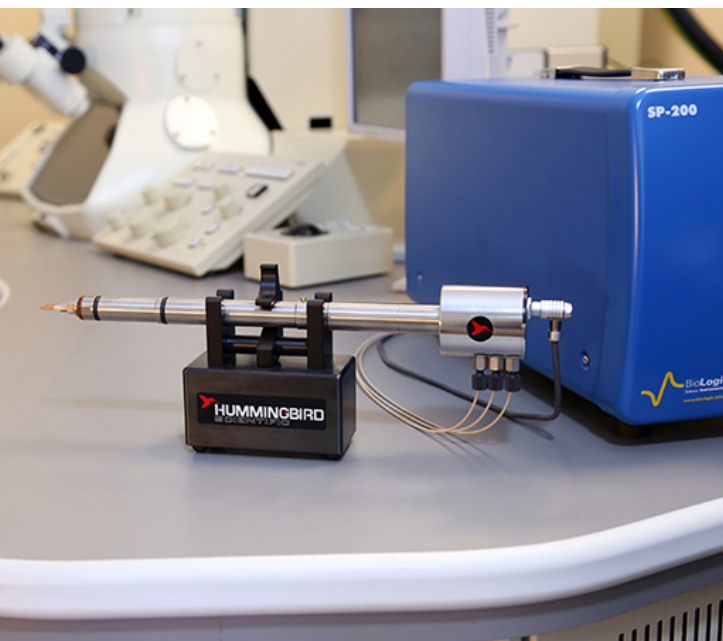
概要

ハミングバード・サイエンティフィック社は、2008年に世界で初めて液中電気化学用試料ホルダーの販売を開始しました。当社は現在、第5世代バルク液中電気化学ホルダーの発売によって、様々な液中電気化学系のバルク電気化学挙動を、その場で正確に再現できる世界初、かつ唯一の試料ホルダーメーカーです。

このホルダーは、最大6つの電極を有し、対極上の幅広いバルク材料、および多様な電気分析モードのための様々な参照電極オプションの搭載が可能です。そしてバルクレベルの電気化学データをその場で測定することができます。

アプリケーション事例:

- 電気化学
- 腐食
- 電気メッキ
- 電解
- 電池材料
- 燃料電池材料

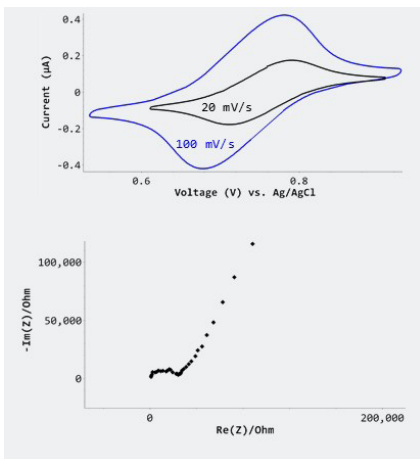
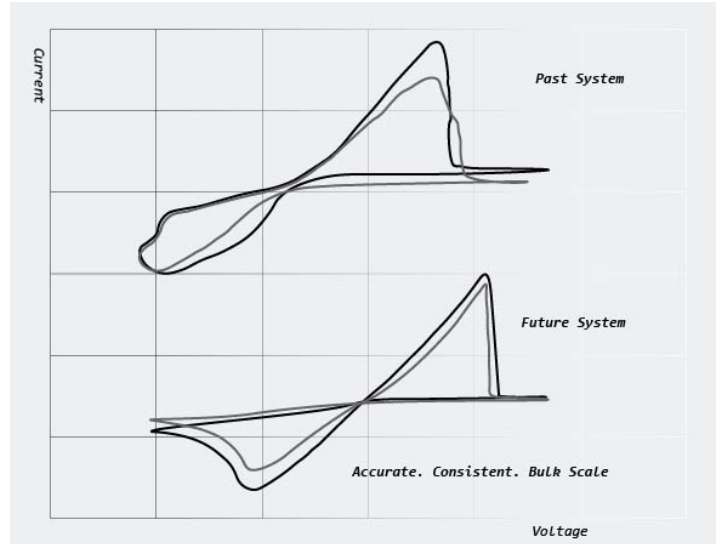


ホルダーの仕組み

最新の第5世代バルク液中電気化学ホルダーは、電気分析測定のための参照電極と、対極側の測定も可能にする機能を備えた、史上初のTEM用液中ホルダーです。作用電極との干渉がほとんどない電極の安定性により、電気分析の測定に優れた性能と精度をもたらします。

一般的な液中ホルダーと、最新第5世代バルク液中電気化学ホルダーのサイクリックボルタンメトリー・データを比較すると、後者では電気メッキ実験において2サイクルにわたって明確で一貫した酸化還元ピークを示し、分析結果の著しい改善が見られます(右の図)。

第5世代バルク液中電気化学ホルダーのデータの質は、標準的なピーカースケールの電気化学実験データに匹敵します。



Top shows CV cycle performed at various potential scan rates - 20 mV/s and 100 mV/s. Bottom shows the corresponding EIS spectrum.

電気化学実験モデル-フェロシアン化物/フェリシアン化物の酸化還元

第5世代バルク液中電気化学ホルダーは、新規開発されたハードウェアシステムと、最適化された電気化学チップを使用し、作用電極 (WE)、対極 (CE)、参照電極 (RE) で構成され、初めてin-situでバルク電気化学条件を再現しました。これは、いくつかの電気化学システムモデルを用いて検証されたものです。

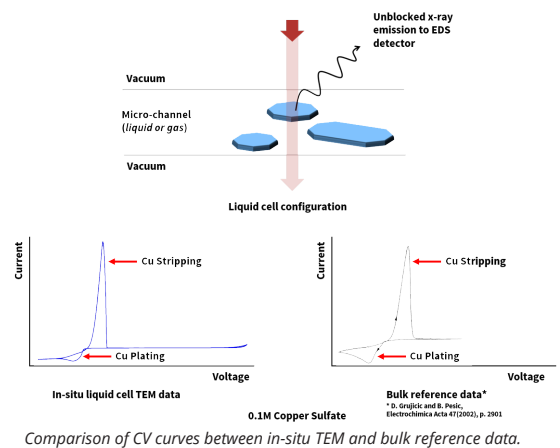
20mM K₃(Fe(CN)₆)/20mM K₄Fe(CN)₆ in 0.1M KCl溶液のモデルでサイクリックボルタンメトリー研究を行いました。20mMフェロシアン化物/20mMフェリシアン化物の0.1M KCl溶液を用い、異なる電圧走査での酸化還元反応は、順走査と逆走査の両方で可逆的の電極反応を示し、バルク挙動が解明されました。加えて、電気化学インピーダンス分光 (EIS) 測定では、溶液の濃度が低いほど容量電流が小さくなり、S/N比が向上することが示されました。

スタンフォード大学のWilliam C. Chuehグループとの共同研究により得られた当社の内部データです。

電気化学モデル - Cuの電解採取

第5世代バルク液中電気化学ホルダーの性能を検証するために、銅の電気分析も行い、その挙動をピーカースケールのバルクデータと比較しています。

モデル化合物である0.1M CuSO₄のサイクリックボルタンメトリー (CV) 研究では、銅のメッキと剥離を示しました。銅のメッキと剥離は白金電極の酸化還元ピークで起こり、その結果は電極面積と電解質溶液の体積が大きいバルクの電気化学セルを再現するものでした。



対応機種

ThermoFisher
SCIENTIFIC

THERMO FISHER SCIENTIFIC TEM

HITACHI HITACHI TEM

JEOL JEOL TEM

TEM の安全性

雰囲気制御ホルダーを効果的に使用するためには、試料とシステムの入念な準備が必要です。ホルダーシステムの重要な構成機器は、真空漏れ検知機能です。

当社の高真空ポンプステーションは、TEM試料台用の真空保持と、シールチェックを一体化したコンパクトな機構です。このステーションは、短い脱気時間、低いベース圧($1e-6\text{mbar}$)、ホルダーチップ用のガラス製ビューイングポートが特徴です。



アクセサリーについて



バルク液中電気化学用ホルダーに使用できるアクセサリーは以下の通りです。

- ▶ 特殊液体セルチップ
- ▶ リークチェック・ステーション
- ▶ 液体加熱コントローラー
- ▶ バキュームチップ・カバー

関連製品



▶ 液体導入ホルダー

液体導入ホルダーは、液中での高分解能物質特性評価を可能にする、完全なその場観察TEMシステムです。シングルインレット、デュアルインレット、加熱、電気化学、分光、相互相関などの機能を備えており、皆様の研究に貢献します



▶ X線/シンクロトロン用液体導入ホルダー

シンクロトロン用液体導入ホルダーは、液中での高分解能物質特性評価を可能にする、完全なその場観察X線ラボシステムです。このシステムは、シングルインレット、加熱、電気化学、分光、相互分析の機能を備えており、皆様の研究に貢献します。



▶ 電気化学実験に関連するホルダー群

当社は、様々な顕微鏡プラットフォームにおいて、電気化学を用いた電池研究のための幅広いホルダー群を用意しております。

注目の研究

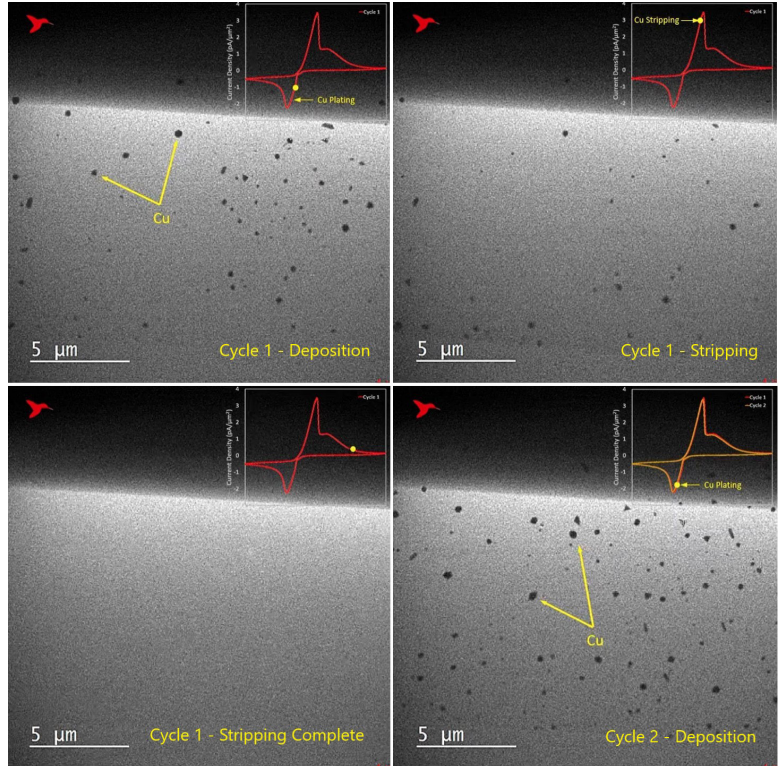
バルクレベルの電気化学実験をin-situで再現

第5世代バルク液中電気化学ホルダーにより、初めて透過型電子顕微鏡内で、バルクレベルの電気化学の詳細を、完全に再現できるようになりました。加えて、新たに開発されたハードウェアシステムにより、バルクの完全な循環を示す詳細な電気化学プロセスを、定量的に測定することが可能になりました。

ここで、モデル化合物であるCuSO₄溶液のサイクリックボルタンメトリー(CV)測定を行い、活性電極からの銅のメッキと剥離を観察した結果を紹介します。銅のメッキと剥離は作用電極で起こり、実際のバルクの挙動を再現しています。

当社の新しい液中電気化学用セルにより、世界で初めてTEMによるバルクレベルのデータを再現することが可能になりました。

ペンシルバニア大学のRui Filipe Serra MaiaおよびEric Stachと共同で取得した社内データです。



その場液中セルによる銅メッキと CuSO₄ 溶液からの剥離。画像の黄色い点は、対応するCVカーブの位置を示しています。

本ホルダーに関連した論文

Khim Karki, Rui Serra-Maia, Eric Stach, Daan Hein Alsem, Norman Salmon. **"Realistic Bulk Electrochemistry in Liquid Cell Microscopy."** *Microscopy & Microanalysis* (2020)

Nikhilendra Singh, Timothy S. Arthur, Oscar Tutusaus, Jing Li, Kim Kisslinger, Huolin L. Xin, Eric A. Stach, Xudong Fan, and Rana Mohtadi. **"Achieving High Cycling Rates via In-situ Generation of Active Nanocomposite Metal Anodes."** *ACS Applied Energy Materials* (2018)

Mei Sun, Xing Li, Zhiqiang Tang, Xianlong Wei and Qing Chen. **"Constant-Rate Dissolution of InAs Nanowires in Radiolytic Water Observed by In situ Liquid Cell TEM."** *Nanoscale* (2018)

Khim Karki, Tyler Mefford, Daan Hein Alsem, Norman Salmon, and William C. Chueh. **"Replicating Bulk Electrochemistry in Liquid Cell Microscopy,"** *Microscopy & Microanalysis* (2018)

Khim Karki, Daan Hein Alsem, and Norman Salmon. **"Practical Electroanalytical Measurements in Liquid Cell TEM,"** *Microscopy & Microanalysis* (2018)

Jeung Hun Park, Tommy Watanabe, Ainsley Pinkowitz, David J. Duquette, Robert Hull, Daniel A. Steingart and Frances M. Ross. **"In situ EC-TEM Studies of Metal Thin Film Corrosion in Liquid Solutions at Elevated Temperatures."** *Microscopy & Microanalysis* (2018)

最新情報については、<https://hummingbirdscientific.com/liquid-electrochemistry-selected-publications/> をご覧ください。



35 Tonowari, Jinnoshinden cho,
Toyohashi, AICHI 441-8077 Japan
t: +81 532-31-2061 - f: +81 532-32-6534

Visit our Website

www.hummingbirdscientific.com ©Hummingbird Scientific 2023 -The specifications provided are subject to change without notice.