

TEMによる自動車用材料の微細構造解析

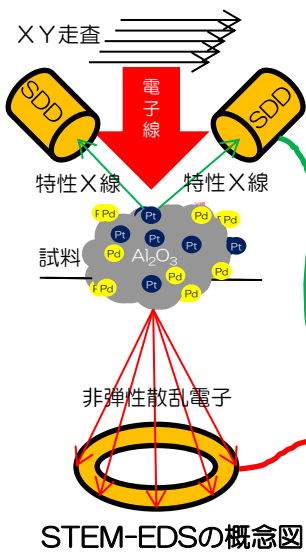
研究期間：平成29年度

研究目的

自動車排ガスの浄化、燃料電池や化学工業プロセス等で使用されている担持触媒は、アルミナ、ジルコニア等の酸化物や炭素系担体上にRh, Pd, Pt等の貴金属ナノ粒子を担持した構造で、担持貴金属のサイズや分布が触媒機能や耐久性に大きく影響している。

大面積SDD検出器を搭載したCs（球面収差）補正TEMを使用し、担体と複数の貴金属の3次元分布をSTEM（走査透過電子顕微鏡）-EDS（エネルギー分散型X線分光）トモグラフィーによって解明した。

研究内容



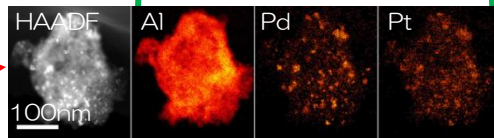
電子線トモグラフィーはTEMを使用して試料の2次元の連続傾斜像を撮影、PCで再構成し、ナノメートル（1nm=100万分の1mm）オーダの分解能で材料を立体視する手法である。

以下2つの新技術を活用し、元素分布の3次元再構成を試みた。
・対物レンズ内面に90° 毎4枚の30mm²SDD検出器を配置したBRUKER製super X EDSシステム

⇒高速かつ傾斜による影の発生を抑えた元素マップの撮影

・ISER法による3次元再構成

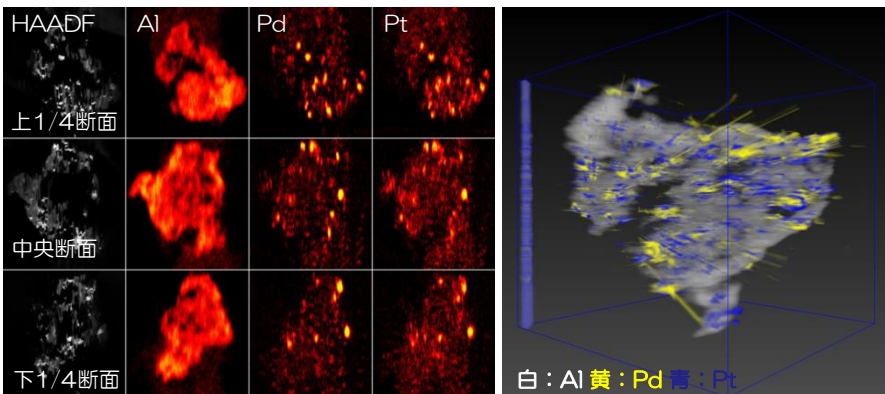
⇒必要な連続傾斜像の削減：60~170枚→12枚



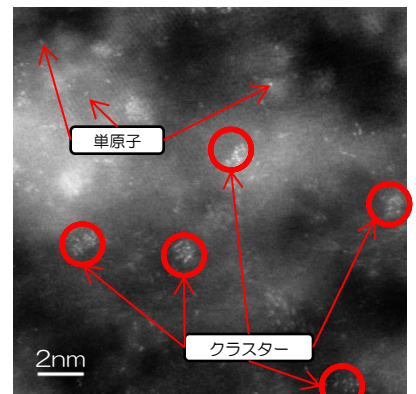
傾斜角：-50° ~+60°
撮影間隔：10° /枚
撮影時間：1,000~1,500秒/枚
再構成ループ数：1,000ループ
TEM：FEI Titan G² 60-300 Cubed
Probe Corrector (300kV)
再構成ソフト：(株)システムインフロンティア
Composer幕・VISUALIZER-kai 視政

研究成果

STEM-EDSトモグラフィーによって、nmオーダの分解能でアルミナ担持Pd・Pt触媒の3次元元素マップの再構成に成功し、PdとPtの立体分布はほぼ一致していることが判明した。また、高分解能HAADF像によって新たに単原子や原子10数個程度のクラスターの存在が見出された。本研究は、文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム事業（東北大学微細構造解析プラットフォーム）の支援を受けて実施された。



3次元元素マップの断層表示（左）とVolume Rendering表示（右）



高分解能HAADF像