

# 実験概要

## K3 IS カメラ

### タイトル

単原子触媒を生成するためのPtアイランドのRu分枝状ナノ構造へのアニーリングのその場観察

### 使用装置

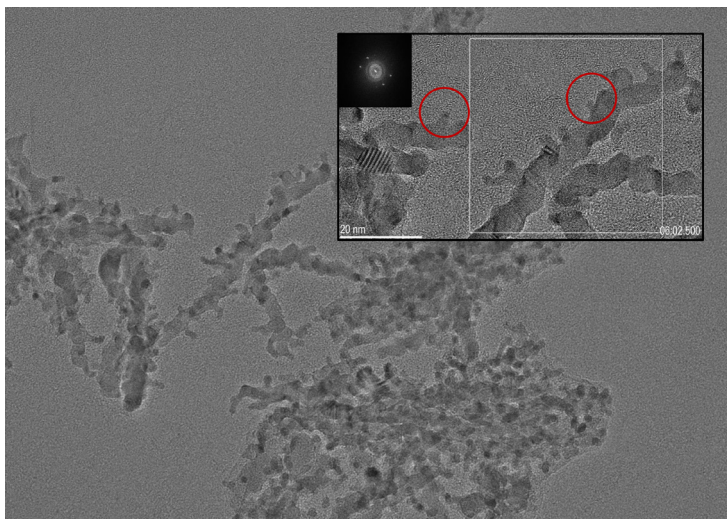
リアルタイム電子カウンティングによる低電子線照射量観察、高速連続データ取得、広視野を同時に達成するK3® IS カメラ

### 研究の背景

白金 (Pt) はメタノール酸化反応 (Methanol Oxidation Reaction ; MOR) における最も活性な材料のひとつです。しかしながら、強く吸着した中間体のCOのため触媒被毒の問題を抱えています。Ru原子が活性白金のCO位置を減少させることから、構造的な耐久性と高い活性を備えた白金-ルテニウム (PtRu) 電気触媒を設計することが直接メタノール型燃料電池 (DMFC) の性能に大きな影響を及ぼします。活性な金属による担持の恩恵を単原子白金触媒の高い活性と組み合わせるためには、貴金属表面への白金単原子の生成というチャレンジを達成する必要があります。

### 材料と測定手法

RuPtナノ粒子の変化を、結像系収差補正器を備えたTitan ETEMに装着されたGatan社製K3 ISカメラを用いて加速電圧300 kVで観察しました [A.R. Poerwoprajitno, et al., Nat Catal. 5 (2022) 231–237. <https://doi.org/10.1038/s41929-022-00756-9>]. ETEMに分圧10 mbarのH<sub>2</sub>を導入し、Protochips社製Aduro加熱ホルダーを使用して試料を700 °Cまで加熱しました。動画は10fpsで記録し試料は低電子線照射条件である僅か106 e<sup>-</sup>/Å<sup>2</sup>/sに維持しました。ドリフト補正はDigitalMicrograph®のIS Playerを使用し相互相関を基に行いました。相互相関の精度を向上するため、バンドパスフィルタを適用しています。観察は比較的低い倍率である69kxで行い、格子分解能を失うことなくK3 ISによって広視野のデータを取得しました。低倍率での観察によって、ひとつの観察視野から統計的に非常に多くの白金アイランドのアニール現象を捉えることが可能となりました。ここで示す像とリンク先の動画は、オリジナルの25フレームの積算された像から生成されています。



### まとめ

これらのその場観察結果は、MOR触媒のための高い活性と耐久性を有するRuPtナノ構造を一度に合成するための最適条件を与えます。K3 ISカメラによってもたらされる汎用のカメラでは不可能な広視野観察によって、アニール現象中の白金アイランドの統計的に大きな点数の解析が実現されました。

**図1.** Titan ETEMを使用し10 mbarのH<sub>2</sub>雰囲気下で700°Cに昇温した際の高速その場観察結果から得られた、Ru分枝状ナノ構造への白金アイランドのアニール観察結果。動画で得られた全視野を示す。挿入図は一部を切り取ったものであり、大きなRu表面への白金アイランドのアニールを示している(赤丸)。また白四角の範囲から得られたFFTも示す。動画中のモアレ縞の出現と消失はRuへの完全な同化に先立ち結晶性の白金アイランドの方位変化を示唆している。挿入箇所の完全なその場観察動画は [こちら](#) から得られます。

### 謝辞

A special thanks to the Center for Integrated Nanotechnologies (CINT) and the University of New South Wales, including John Watt, Agus Poerwoprajitno, Dale L. Huber, and Richard D. Tilley.

Gatan 社は、試料作製から像観察や分析までの電子顕微鏡の能力を拡げる装置とソフトウェアの世界トップレベルのメーカーです。

This work was performed, in part, at the Center for Integrated Nanotechnologies, an Office of Science User Facility operated for the U.S. Department of Energy (DOE) Office of Science. Los Alamos National Laboratory, an affirmative action-equal opportunity employer, is managed by Triad National Security, LLC for the U.S. Department of Energy's NNSA, under contract 89233218CNA000001. Sandia National Laboratories is a multimission laboratory managed and operated by National Technology & Engineering Solutions of Sandia, LLC, a wholly-owned subsidiary of Honeywell International, Inc., for the U.S. DOE's National Nuclear Security Administration under contract DE-NA-0003525. The views expressed in the article do not necessarily represent the views of the U.S. DOE or the United States Government. LA-UR-20-25635