

实验简报

K3 IS 相机

标题

原位观察 Pt 岛退火溶入 Ru 枝状纳米结构以制备单原子催化剂。

使用 Gatan 设备

K3[®] IS 相机为原位实验带来基于实时电子计数的低剂量成像，快速连续的数据获取，以及广阔观察视野。

背景

金属铂 (Pt) 是用于甲醇氧化反应 (MOR) 的活性最高的金属之一，但作为中间体，它会强烈吸附 CO 而发生催化剂中毒。由于钌 (Ru) 原子能够减少活性 Pt 的 CO 中毒，设计具有结构耐久性和高活性的 Pt-Ru 电催化剂将显著影响直接甲醇燃料电池 (DMFC) 的性能。为了将单原子 Pt 催化剂的卓越活性与活性金属载体的优势结合起来，我们必须克服在贵金属表面上形成单 Pt 原子的合成挑战。在这里，我们开发了一种工艺，可以在多面 Ru 枝状纳米颗粒上生长和分散 Pt 纳米岛，从而在 Ru 催化剂上形成单个 Pt 原子。

材料和方法

利用 Gatan 的 K3 IS 相机，我们在像差校正 Titan ETEM 里对 RuPt 纳米颗粒的转变进行了观察，工作电压为 300 keV [A.R. Poerwoprajitno, et al., Nat Catal. 5 (2022) 231–237. <https://doi.org/10.1038/s41929-022-00756-9>]. 实验中，我们向 ETEM 里引入了偏压为 10 mbar 的 H₂，并使用 Protochips Aduro 加热样品杆将样品加热到 700 °C。原位视频以 10 fps 的帧率拍摄，样品以仅 106 e⁻/Å²/s 的低电子剂量成像。漂移校正 DigitalMicrograph[®] 下的 IS player 中通过互相关 (cross-correlation) 就能够完成，同时对数据使用了带通 (bandpass) 预滤波以改善互相关质量。该实验是在 69kx 这一相对较低放大倍率下进行的，因此可以使用 K3 IS 拍摄宽视场而不损失晶格分辨率。在这样的低倍下，单个感兴趣视野下就能记录到具有统计显著数量的 Pt 岛退火过程。此处以及链接视频中显示的帧均为 25 个原始帧的叠加。

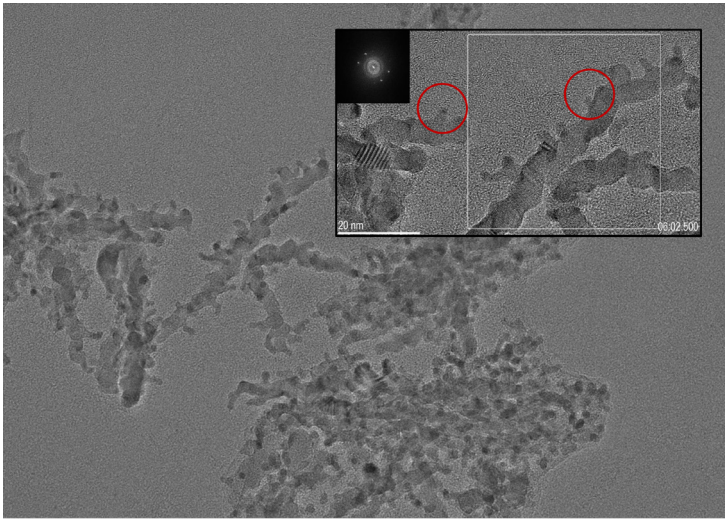


图1. 在 Titan ETEM 中，在 700 °C 和 10 mbar H₂ 下高速原位观察 Pt 岛退火溶入 Ru 枝状纳米结构的单帧图像，显示了视频中拍摄的整个视场。插图包含一个较小区域的“快照”，显示 Pt 岛退火溶入到较大的 Ru 表面 (红色圆圈)，以及白色正方形内区域的 FFT。视频中莫尔条纹的出现和消失表明晶态 Pt 岛在完全结合到 Ru 之前发生了一些取向改变。插入区域的完整原位视频可以在[此处](#)找到。

致谢

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, Inc. 是世界领先的用于增强和扩展电子显微镜的仪器和软件制造商——从样品制备操作到成像分析。

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

