

実験概要

OneView IS カメラ

タイトル

ナノ粒子の変形におけるダイナミクスを捉える

Gatan使用装置

OneView® IS カメラは最速、最高性能のファイバーカップリング構造のGatan社製カメラであり、その場透過型電子顕微鏡観察において動的現象の詳細を観察するために、16メガピクセルの像を毎秒25フレームで表示しストレージに保存することが出来ます。

背景

金属ナノ粒子触媒と還元性酸化物担体との界面は、その触媒機能にとって重要な役割を果たします。この界面ではナノ粒子の特定の方位を促進すると共に、粒子の粗大化や焼結を抑制します。しかしながら、担持されたナノ粒子の触媒動作環境における原子レベルの観察は困難でありほとんど行われてきませんでした。そこで、酸素雰囲気下における加熱中の構造とダイナミクスの双方の詳細な解析を可能とすべく、ナノ粒子構造の直接観察を経過時間と共に行いました。

試料と手法

CeO₂ 担持金ナノ粒子をDENS Solutions社製Wildfire加熱チップ上に分散し、結像系収差補正器付きFEI社製Titan ETEMを用い300 kVで観察を行いました。試料は4.5 Pa O₂ 下で700°Cまで加熱しました。データはOneView ISカメラを用い5フレーム毎秒で連続的に記録し、最終的に318枚のデータが得られました。詳細は以下の論文に記載されています: Liu, P. et al. *Nanoscale* 11, 11885–11891 (2019). <https://doi.org/10.1039/C9NR02731A> and Liu, P. et al. *J. Phys. Mater.* 3, 024009 (2020). <https://doi.org/10.1088/2515-7639/ab82b4>

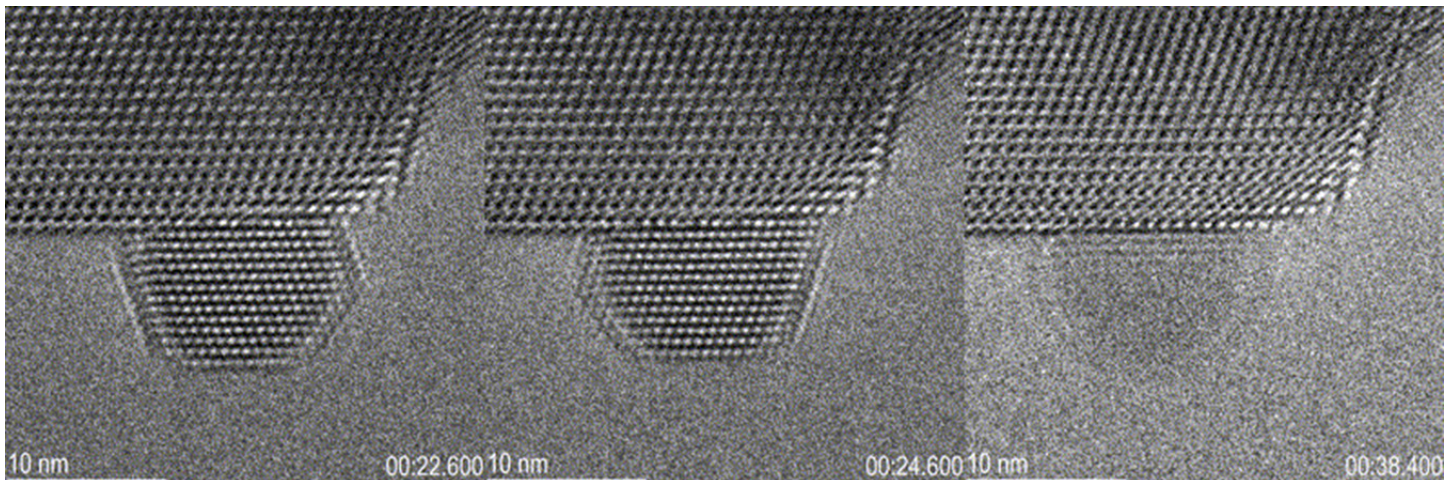


図1. 連続的に取得した像から抜き出した二つの結晶方位と非晶質相を示す3枚の像。1分間の連続した像の内、ナノ粒子は約32%非晶質であり、16回結晶と非晶質の間で変化しました。動画は以下からご覧頂くことが出来ます: <https://www.rsc.org/suppdata/c9/nr/c9nr02731a/c9nr02731a1.gif>

まとめ

金ナノ粒子の動画では、担持材と金格子像の間ではっきりとした方位関係を示しながら頻りに融解と再結晶を繰り返していることが判ります。これは融点に近い温度における触媒のダイナミックな特性を示唆しており、ナノ粒子の方位の決定において担持材が大きな影響を持つことを示しています。

謝辞

本研究はデンマーク工科大学、Pei Liu、Tiantian Wu、Jacob Madsen、Jakob Schiøtz、Jakob Birkedal Wagner、Thomas Willum Hansenの各氏のご協力によるものです。

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上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。

