多孔質三元触媒粒子のSTEM-EDS三次元元素マップ

研究期間:令和6年度

研究目的

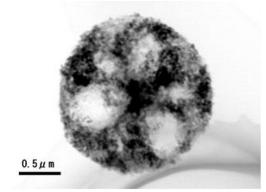
1基(方向)だけのEDS検出器でも、空間分解能nmオーダーで妥当性の高いSTEMEDSトモグラフィーの三次元再構成が可能であることを示すために、噴霧乾燥法で作製された多孔質三元触媒の連続傾斜像撮影から再構成に至るプロセスを報告する。試料はガソリンエンジン用排ガス浄化触媒を模したもので、仕込組成はPd: 1.26wt%; Rh: 0.21wt%; CeO₂: 18.4wt%; ZrO₂: 26.2wt%; Al₂O₃: 47.82wt%; La₂O₃: 1.81wt%; Nd₂O₃: 2.0wt%; La: 1.48wt%であった。

研究内容

メーカ	日本電子㈱	FEI Titan G ²
形式	JEM-3000F	Cubed 60-300 東
所在地	ひろしま産学共同	北大学先端電子顕
	研究拠点	微鏡センター
撮影年月	2024年3月	2018年3月
グリッド孔	$200 \times 350 \mu m$	$130 \times 130 \mu m$
加速電圧	297kV	300kV
EDS検出器	SDD60mm ² x 1基	SDD30mm ² x 4基
立体角	立体角不詳	0.70Sr
最大傾斜角	±90°	±60°
球面収差補正	無	収束レンズ
STEM像	明視野(BF)	HAADF
撮影角度範囲	-70° ∼+80°	-50° ~ +60°
間隔	10°	10°
不使用角度	-20°	無(全使用)

撮影・再構成条件の比較

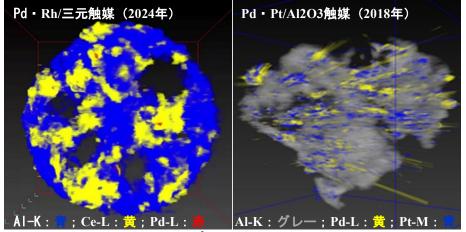
今回と2018年の撮影条件の比較を表に示した。再構成ソフトウェア・アルゴリズム等ほぼは同一であった。



今回撮影粒子の明視野 (BF) STEM像

研究成果

対物レンズのギャップの大きなTEMと、大きなグリッド孔のメッシュを使用することで最大傾斜角を大きくとることで、1基(方向)のEDS検出器でも、ミッシングアングル由来のアーティファクトを低減した、三次元元素マップを再構成することができた。



三次元元素マップのVolume Rendering表示