

FIB-TEM 法によるメソポーラスシリカに担持した金属酸化物の解析

Analysis of metal oxides supported on the mesoporous silica by FIB-TEM method.

(株) 東ソー分析センター¹, °関根 洋平¹, 中村 和人¹

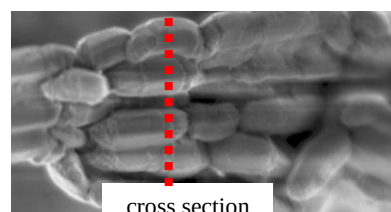
TOSOH Analysis and Research Center Co.,Ltd.¹, °Youhei Sekine¹, Kazuto Nakamura¹

E-mail: sekine@tosoh-arc.co.jp

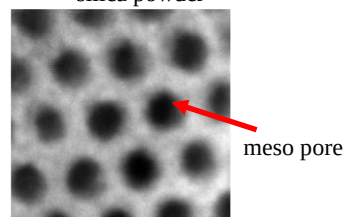
【概要】 メソポーラスシリカは規則的な細孔配列を有しており、吸着剤や触媒担体として応用が期待されている。その細孔内に Fe や Ti 酸化物を担持した材料において、透過電子顕微鏡 (TEM) による担持状態の解析が求められている。従来から、担体の粉碎試料を用いた担持状態の観察が試みられて来たが、同法では細孔の垂直断面を選択的に調整できないため、細孔内の詳細な解析は困難となっていた。そこで、集束イオンビーム (FIB) を用いて細孔の向きを制御した断面を作製し、走査型透過電子顕微鏡 (STEM) にて微細構造解析を試みた。

【測定】 Fe/TiO₂ 担持メソポーラスシリカ (SBA-15) は、一粒子のサイズが直径 300nm 程度、長さ 1μm の円柱状微細粒子である。断面作製は、担体試料を乳鉢で粉碎し、超音波分散する方法 (粉碎法) と、FIB を用いて円柱状粒子の長さ方向に対し垂直に切断 (Fig.1) する方法 (FIB 法) で行った。これら二つの試料について STEM 暗視野像観察及び、高感度 STEM/EDS 元素マッピングを行った。

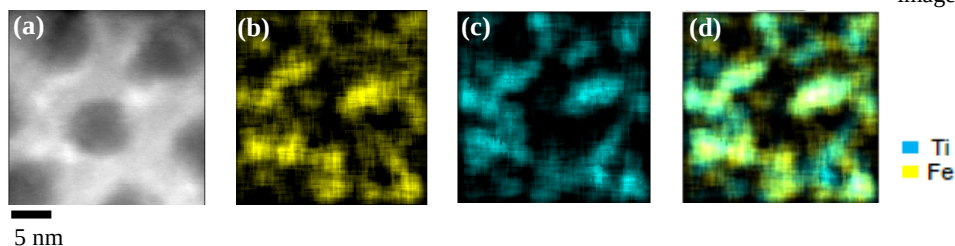
【結果】 粉碎法により作製した試料では、細孔を水平方向から観察することはできたが、細孔の垂直方向など、特定の方向に限定した観察は困難であった。他方、FIB 法では細孔を垂直方向から効率よく観察することで、STEM 暗視野像にて細孔が規則的に配列した様子を確認できた (Fig.2)。高感度 STEM/EDS による元素マッピングでは、Ti、Fe は概ね同じ位置に存在することが確認された (Fig.3)。また、酸化チタン及び酸化鉄が直径数 nm の粒子状で存在することが明らかとなり、担持された Ti、Fe は複合酸化物を形成している可能性が示唆された。



1 μm
Fig.1 SEM image of the mesoporous silica powder



10 nm
Fig.2 Cross section STEM dark field (DF) image of the mesoporous silica



5 nm
Fig.3 STEM/EDS element maps of Fe/TiO₂ supported on the mesoporous silica (SBA-15)

(a) STEM-DF (b) EDS-Fe (c) EDS-Ti (d) Superimposition of Fe and Ti

【謝辞】 本研究の一部は、文部科学省委託事業ナノテクノロジープラットフォーム課題として物質・材料研究機構微細構造解析プラットフォームの支援を受けて実施致しました。