

HAADF STEM 法を用いた Pt 表面の精密原子間距離計測

Precise atomic distance measurement of Pt surface by HAADF STEM

ファインセラミックスセンター¹ ○小林 俊介¹、大森 雄貴¹、黄 馨慧¹、桑原 彰秀¹

Japan Fine Ceramics Center.¹, Nanostructures Research Laboratory, °Shunsuke Kobayashi¹,

Yuki Omori¹, Hsin-Hui Huang¹, Akihide Kuwabara¹

E-mail: s_kobayashi@jfcc.or.jp

【緒言】

固体高分子形燃料電池 (PEFC) を用いた燃料電池自動車の本格的な普及には触媒性能の向上が求められている。PEFC に使われている Pt 系触媒粒子において表面の Pt 原子間距離と触媒活性が関係していることが理論計算で予測されているが、Pt-Pt 原子間距離の実空間での計測にはピコメートルオーダーの精度が必要となる。本研究では走査透過電子顕微鏡(STEM)法の観察手法の一つである高角度散乱暗視野(HAADF)法と高精度画像取得・解析技術を組み合わせて、Pt 系触媒粒子の表面 Pt-Pt 原子間距離計測を実施した。

【実験方法】

触媒粒子の TEM 試料調製はカーボン支持膜付き Cu グリッド上に 10 wt.% Pt/graphitized carbon (Sigma-Aldrich) の粉末を分散し行った。STEM 観察は球面収差補正走査透過電子顕微鏡を用いた。

【結果・考察】

原子カラム位置を高精度に計測するために、画像サイズおよび画像取得時間を最適化し HAADF-STEM 画像を取得した。そして、取得した数十枚の各画像のイメージドリフト補正を行い、S/N 比の高い積算画像を構築した。Fig. 1a に Pt 触媒粒子表面から取得した HAADF-STEM 像を示す。観察された各輝点は Pt の原子カラム位置に対応する。この Pt 表面においてステップテラス状の構造が形成している。ここで、二次元ガウシアンフィッティングにより、積算画像から Pt 原子カラムの中心座標を高精度に抽出し、ピコメートルスケールの精度にて Pt-Pt 原子間距離を計測した結果を Fig. 1b に示す。表面に対して平行方向の原子間距離は粒子内部・表面において大きく変化しない。一方、鉛直方向は表面近傍において原子間距離が膨張し、さらに単原子層ステップ付近では収縮することが明らかとなった。

今後、本解析手法を発展させ、触媒表面の原子間距離と触媒活性の関係を明らかにすることで、触媒活性向上の新たな設計指針獲得が期待できる。

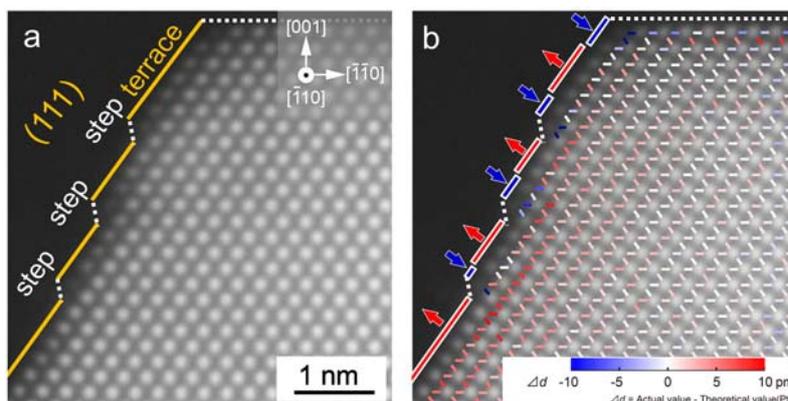


Fig. 1 (a) HAADF-STEM image of a Pt particle surface. (b) Pt-Pt interatomic distance displacement map.

【謝辞】

本研究は NEDO 「燃料電池等利用の飛躍的拡大に向けた共通課題解決型産学官連携研究開発事業 P20003」、JSPS 科研費 21K18196、また一部は JSPS 科研費 (22H04914) および MEXT 事業 (JPMXP1122683430) により実施されたものである。