



ナノサイズ触媒粒子の観察・分析

粒子サイズに応じた触媒粒子の観察・分析方法をご提案いたします。

球面収差補正走査・透過電子顕微鏡(Cs補正STEM)や極低加速電圧走査電子顕微鏡(ULV-SEM)で培った物理解析技術を生かし、触媒粒子の粒子サイズに応じた観察・分析方法をご提案いたします。

ガソリン車の排ガス触媒粒子の観察

● Cs補正STEM、EDXによるナノレベルの分析

排気ガス浄化の役割を担う触媒貴金属粒子のサイズや分散状態調査には、電子顕微鏡による直接観察が有効です。図1および図2に、STEM観察とEDX(エネルギー分散型X線分光法)による定性分析結果を示します。CeO₂の表面に1~2nm程度の粒子が数粒みられ、ポイント分析によりその粒子はロジウム(Rh)であることがわかりました(point2)。また、黄色枠で示したような原子配列がみられることから、Rhが結晶性であることが示唆されます。

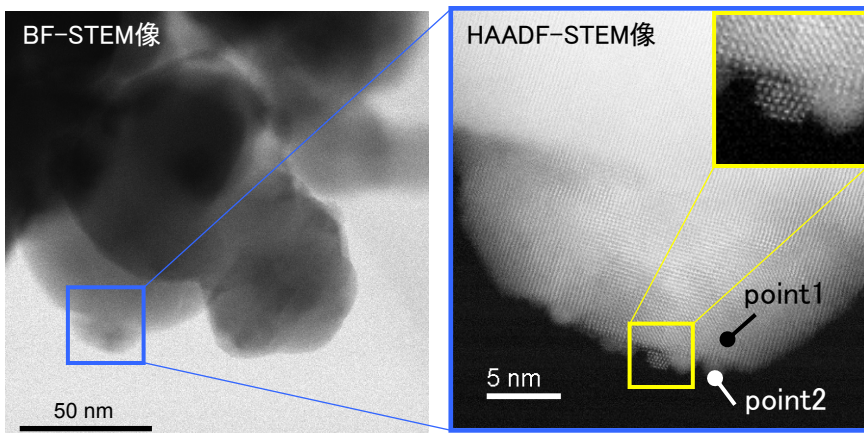


図1 ガソリン車排ガス触媒のBF-STEM像(左)、HAADF-STEM像(右)

- 試料: ガソリン車排ガス触媒(Rh/CeO₂/Y-ZrO₂)
試料ご提供: 名古屋工業大学 羽田政明准教授

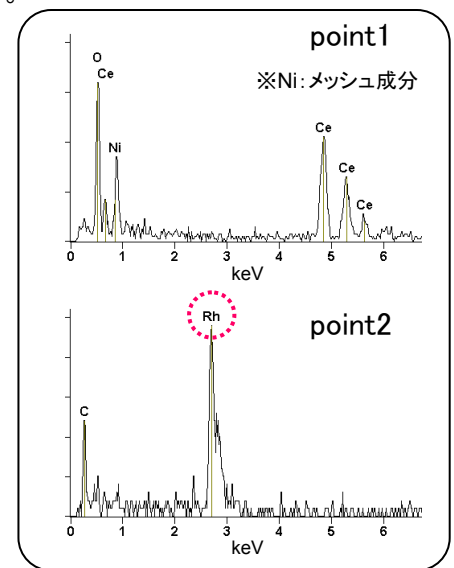


図2 各点におけるEDXスペクトル

● EDXによる元素マッピング分析

EDX元素マッピングにより、ロジウム(Rh)がCeO₂上およびCeO₂/ZrO₂界面に分布していることがわかりました(図3)。

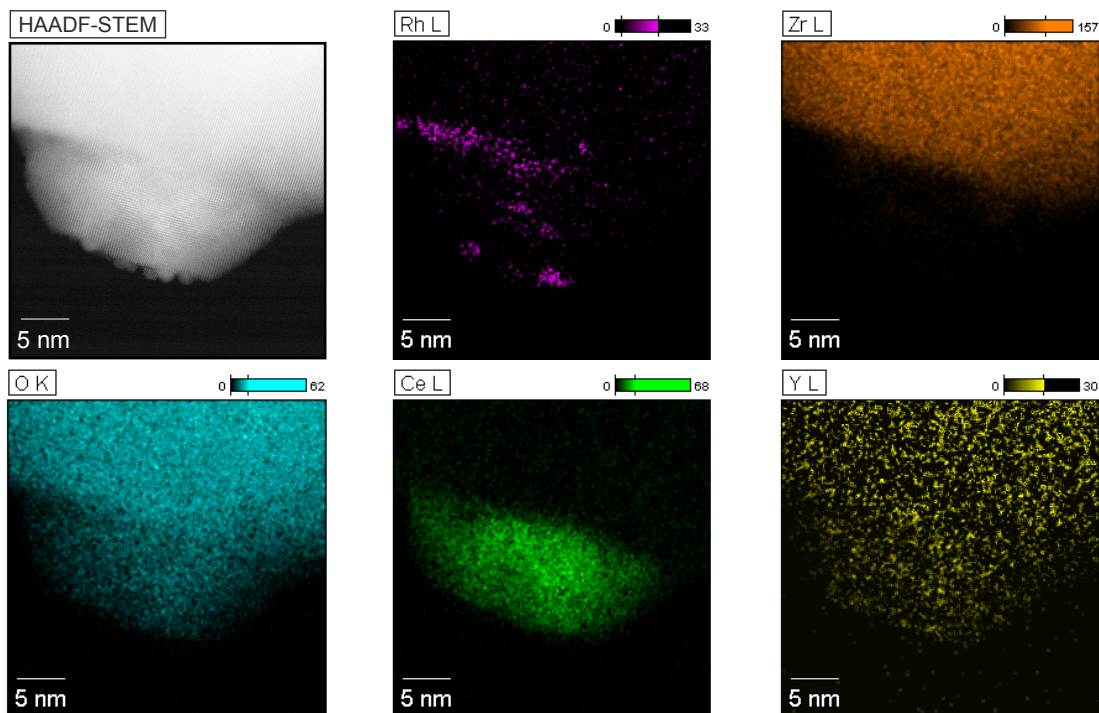


図3 ガソリンエンジン車排ガス触媒のSTEM-EDX元素マッピング

このように、Cs補正STEMとEDXの組合せにより、数nmレベルの元素偏析や濃度分布を可視化することができます。

ディーゼル車の排ガス触媒粒子の観察

● ULV-SEM(極低加速電圧走査電子顕微鏡)による数10ミクロン～サブミクロンスケールの触媒粒子観察

ULV-SEMを用いた観察例を図4に示します。物質の平均原子番号の違いがあらわれる反射電子像により、貴金属粒子のサイズや分散状態の評価が可能です。担体上に明るく分布しているものが貴金属粒子で、数100nmオーダーの大きい粒子と30nm程度の比較的小さな粒子とが分散していることがわかります。

30nm程度のものについては、さらにTEM/STEMを用いることで詳細な調査が可能です。

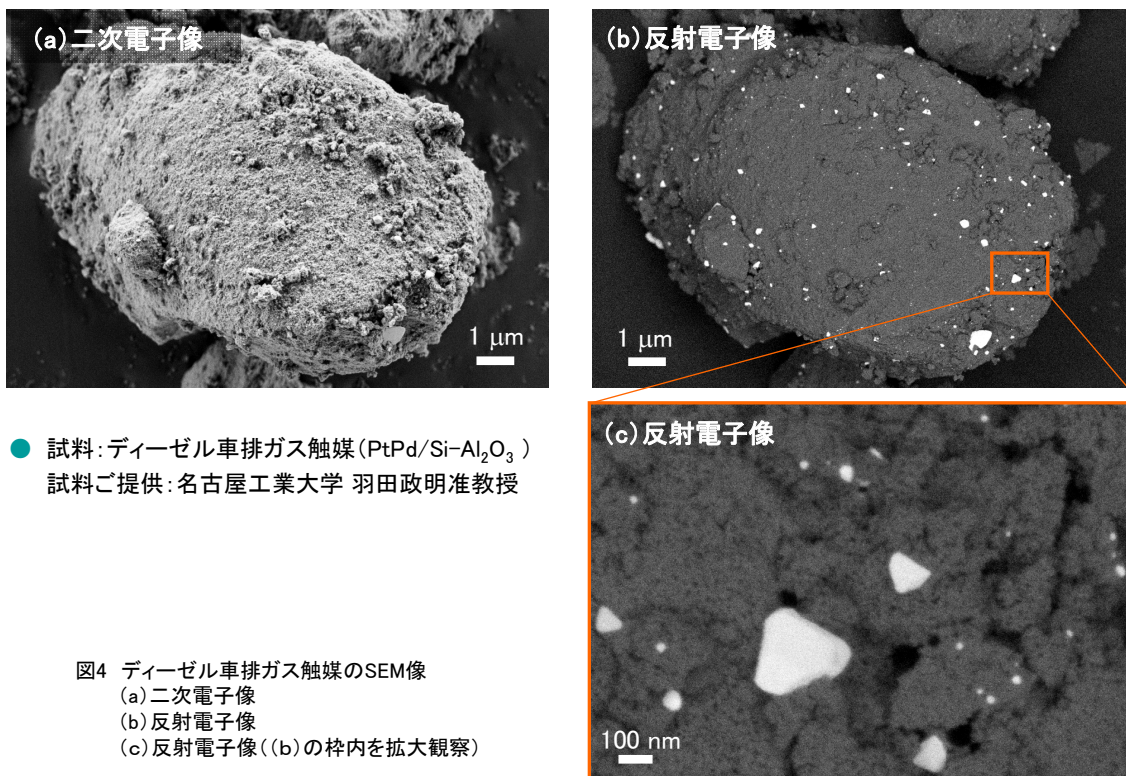


図4 ディーゼル車排ガス触媒のSEM像
(a)二次電子像
(b)反射電子像
(c)反射電子像((b)の枠内を拡大観察)

● STEM-EDXによる数10nmエリアの元素マッピング分析

30nm程度の貴金属粒子についてSTEM観察と分析を行いました。PtとPdが均一に合金化していることがわかります(図5)。

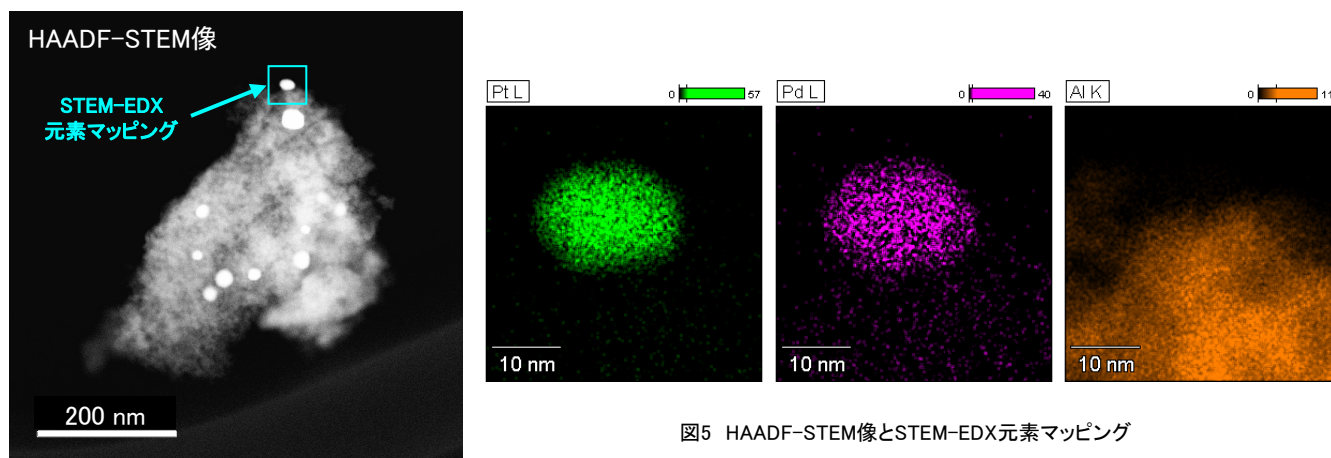


図5 HAADF-STEM像とSTEM-EDX元素マッピング