

粒径評価のための新規電顕画像解析法の提案

Suggestion for Particle Size Analytical Method of Electron Micrograph

文部科学省ナノテクノロジープラットフォーム 平成28年度「若手技術奨励賞」受賞

実地機関担当者：山本 悠太（名古屋大学）

Key Words > Morphological image processing, Global/Atomic HAADF-STEM

概要 / Overview

名古屋大学超高压電子顕微鏡施設では、高性能電子顕微鏡群による観察・分析を主軸としつつ、目的に即した試料作製法やデータ解析法などの提案も含めて支援事業を実施している。本発表では、アルミナに担持した金単原子および金サブナノクラスターの粒径について、定量的な分布を得るために、原子分解能での大域的なHAADF-STEM観察と、モフォロジー演算画像処理を用いた画像解析を組み合わせた、新規画像解析法を提案した支援例を紹介する。

High voltage electron microscope laboratory at Nagoya University provides technical support of observation and/or analysis by state-of-the-art electron microscopes including appropriate suggestions for how to fabricate, analyze etc.. In this presentation, we introduce a practical example of the appropriate suggestions for a quantitative particle size analytical method of an electron micrograph.

大域的な原子分解能HAADF-STEM観察とモフォロジー演算画像処理を用いた画像解析によるアルミナ担持金単原子および金サブナノクラスターの定量的粒径分布評価

Quantitative evaluation for particle size distribution of supported gold single atom and gold sub-nano cluster on aluminum oxide by smart image-analysis method using morphological image-processing operation with global atomic-resolution HAADF-STEM observation

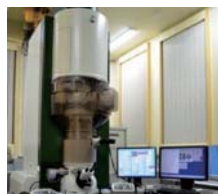
● 背景

担持金ナノ粒子触媒は、粒子直径(粒径)に依存して特異な活性を示すことが知られており、触媒メカニズムの解明のために粒径評価は重要である。

本課題では、当初は、既往の画像解析法ではアルミナに担持した金単原子や金サブナノクラスターの粒径が評価できず、課題申請者のグループが全て手作業で解析を行っていた。しかし、手作業での粒径解析は、粒径の見積もりにおける恣意性や、解析結果の個人依存性、解析に膨大な時間が費やされることなどの問題点があった。

そこで、これらの問題を解決するために、定量的かつ効率良い粒径評価が可能で、モフォロジー演算画像処理を効果的に用いたこれまでにない画像解析法を開発し、提案した。

● 装置と観察条件

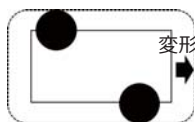


JEOL製 Cs corrected TFE S/TEM
Acc. : 200kV
Detector angle : 68 - 174.5 mrad
Image size : 1024 x 1024 pixel²
Pixel size : 0.021 nm / pixel
Number of images : 50 images / sample

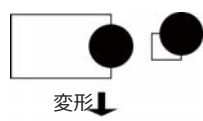
● モフォロジー演算画像処理

構造化要素によるオブジェクトの変形処理

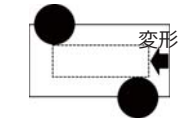
○ 膨張処理



○ オープニング処理
(縮小→膨張)



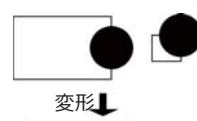
○ 縮小処理



構造化要素

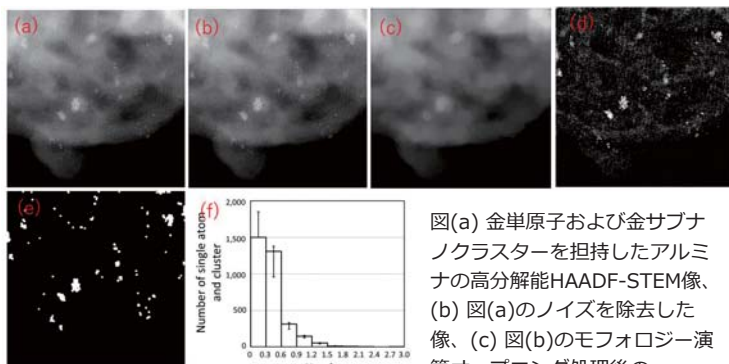
○ オブジェクト

○ クロージング処理
(膨張→縮小)



Ref.) R. M. Haralick et al., IEEE TPAMI (1987) 9, 532-550

● 結果



図(a) 金単原子および金サブナノクラスターを担持したアルミナの高分解能HAADF-STEM像、(b) 図(a)のノイズを除去した像、(c) 図(b)のモフォロジー演算オープニング処理後の

バックグラウンド像、(d) 図(c)と図(b)の差分像、(e) 図(d)を二値化し、モフォロジー演算クロージング処理によりSTEMプローブ径と原子直径のサイズ差を補正した後の像、(f) 図(e)を含む、図(a)→(e)と同じ画像処理を施された50枚の画像から求めた粒径分布の一例

提案した新規解析手法により、定量的かつ効率の良い、担持金単原子および金サブナノクラスターの粒径の評価が可能になった。

Ref.) Yuta Yamamoto et al., Microscopy (2014) 63, 1-10

● 本手法を基軸とした、その後の研究成果

- “原子レベルで構造解析した担持Au触媒によるフルフルール類の選択的水素化反応”, 大山順也ほか, 第51回触媒研究懇親会
- “Atomic Scale Investigation of Gold Particle Size Effect on Hydrogenation Reaction”, Junya Ohyama et al., TOCAT7, GP2066
- “水素化反応におけるアルミナ担持金触媒のサイズ効果の原子スケールでの解析”, 大山順也ほか, 第116回触媒討論会, 1F18(AY)
- “Atomic-scale insight into the structural effect of a supported Au catalyst based on a size-distribution analysis using Cs-STEM and morphological image-processing”, Junya Ohyama et al., Journal of Catalysis, 335 (2016) 24-35

Contact

山本悠太