

微細構造解析支援と業務効率化への取り組み

Technical support for Advanced Characterization and efforts to improve our work efficiency

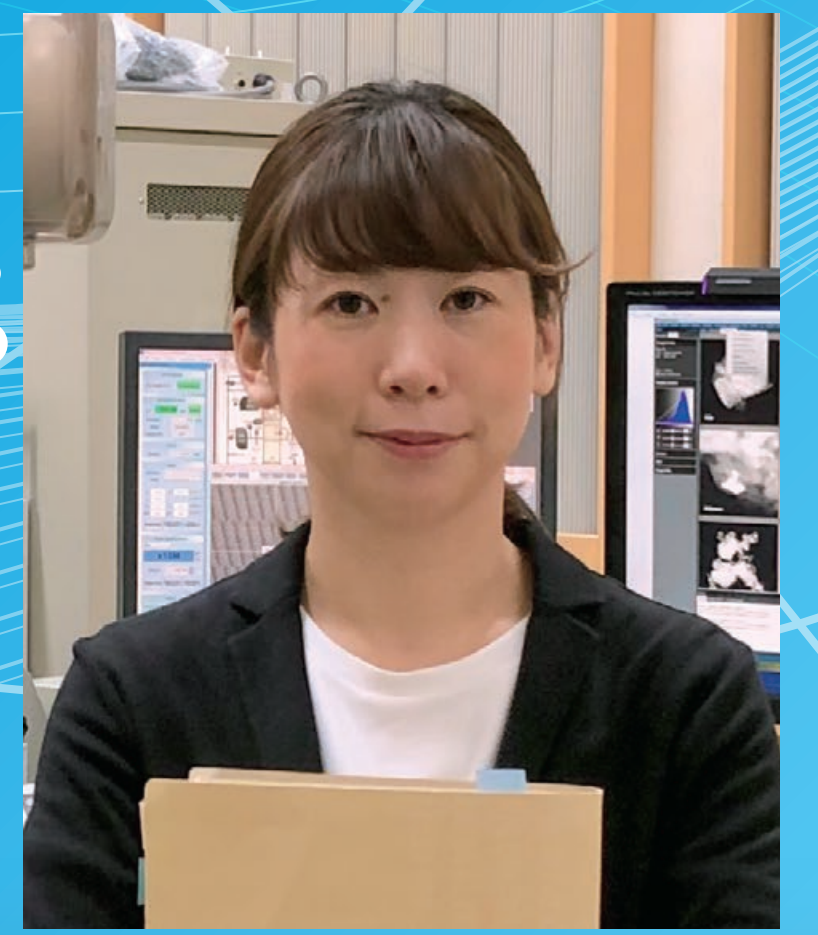


技術支援貢献賞 / Best Technical Support Contribution Award

受賞者 | 平井 直美 (北海道大学・高度専門技術者)
AWARD | Naomi Hirai (Hokkaido University)

KEY WORDS

Atomic level resolution electron microscopy, Cs-corrected STEM (spherical aberration corrected Scanning Transmission Electron Microscope), FIB, SEM, EDS, EELS



概要 | Overview

北海道大学では「加工」と「計測・分析」の2つの領域を中心に研究支援を行っており、試料の作製から分析・解析までサポートする環境を整えている。計測・分析領域では、触媒、デバイス、材料など様々な形態の試料観察を受けており、本発表ではCs-STEMを用いた計測領域の研究支援事例と、円滑な依頼対応を目指した業務効率化の取り組みについて紹介する。

Hokkaido University, we provide research support mainly in the two areas of “Nano-fabrication” and “Advanced Characterization”, with the good environment that supports from sample preparation to analysis. At Advanced Characterization area we support the observation of various forms of samples, such as catalysts, devices, and materials. In this presentation, we introduce the example of technical support using Cs-STEM and efforts to improve our work efficiency aimed at smoothly support.

支援装置紹介

Introduction of Electron Microscope group

● 学内外の幅広い分野の研究支援を担っている



業務効率化の取り組み

Efforts to Improve our Work Efficiency

● Webの活用と情報共有により円滑な支援を実施



図2 (a) SEM試料準備の動画 (b) 観察内容確認シート

SEM, STEMの依頼観察は共有画面でのWeb立ち合いシステムで実施。依頼者は場所や時間の制約を受けずデータ確認ができ、研究支援の効率化を実現した。

初回講習は操作説明と試料準備動画(図2-a)を公開し講習の予習・復習の徹底を実施。利用者の理解度の向上、講習時間の大幅な短縮、操作事故の減少効果があった。

高分解STEM観察では、観察内容確認シート(図2-b)と観察メモのファイルを作成。

依頼者に予備観察画像と、観察依頼内容を記入してもらい情報共有を必須とした。合わせて観察条件を記した、観察メモを作成し、情報蓄積することで、次回の観察や類似試料の観察を円滑に進める事が可能となった。

JEM-ARM200Fによる研究支援事例

Example of Technical Support using JEM-ARM200F

● 鉄アザフタロシアン系酸素還元触媒の吸着状態解析

STEM-EELS測定を用いて触媒電極材料の構造解析支援を行った。

理論解析では、FeAzPcが単分子で炭素材料(MWCNT)に吸着していることが示唆されていたが、直接的な吸着状態データは皆無であった。分子サイズに相当するエリア(図1-b・赤□内)におけるEELS測定の結果、FeAzPcに含まれる窒素原子(N)と鉄原子(Fe)が同一スペクトルで観察される領域(図1-b・領域1)と、観察されない領域(領域2)の識別ができた。これによりFeAzPcが単分子状態で吸着していることが結論づけられた。

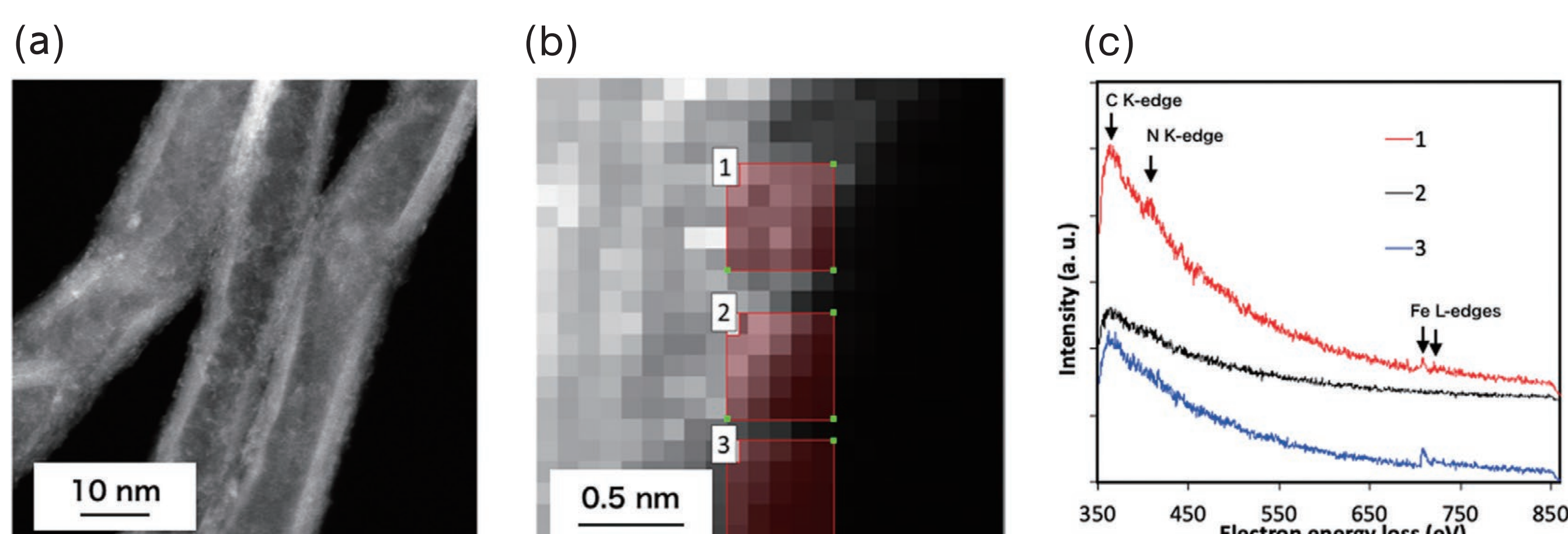


図1 (a) FeAzPc-4N-DMSO/oxMWCNT_20 wt% のHAADF-STEM像 (b) EELS解析領域 (c) EELSスペクトルデータ

Fe azaphthalocyanine unimolecular layers (Fe AzULs) on carbon nanotubes for realizing highly active oxygen reduction reaction (ORR) catalytic electrodes

Hiroya Abe et al., NPG Asia Mater 11, 57 (2019).
<https://doi.org/10.1038/s41427-019-0154-6>

● Mo-V系混合酸化物触媒の結晶構造解析

高分解STEM観察を用いてC-MoVO触媒の結晶構造解析支援を行った。

図3は、それぞれ[001]方向から撮影したHAADF-STEM像。

{Mo₆O₂₁}⁶⁻の五角形ユニットと七角形のチャンネルは、ピンクとオレンジで表されている。

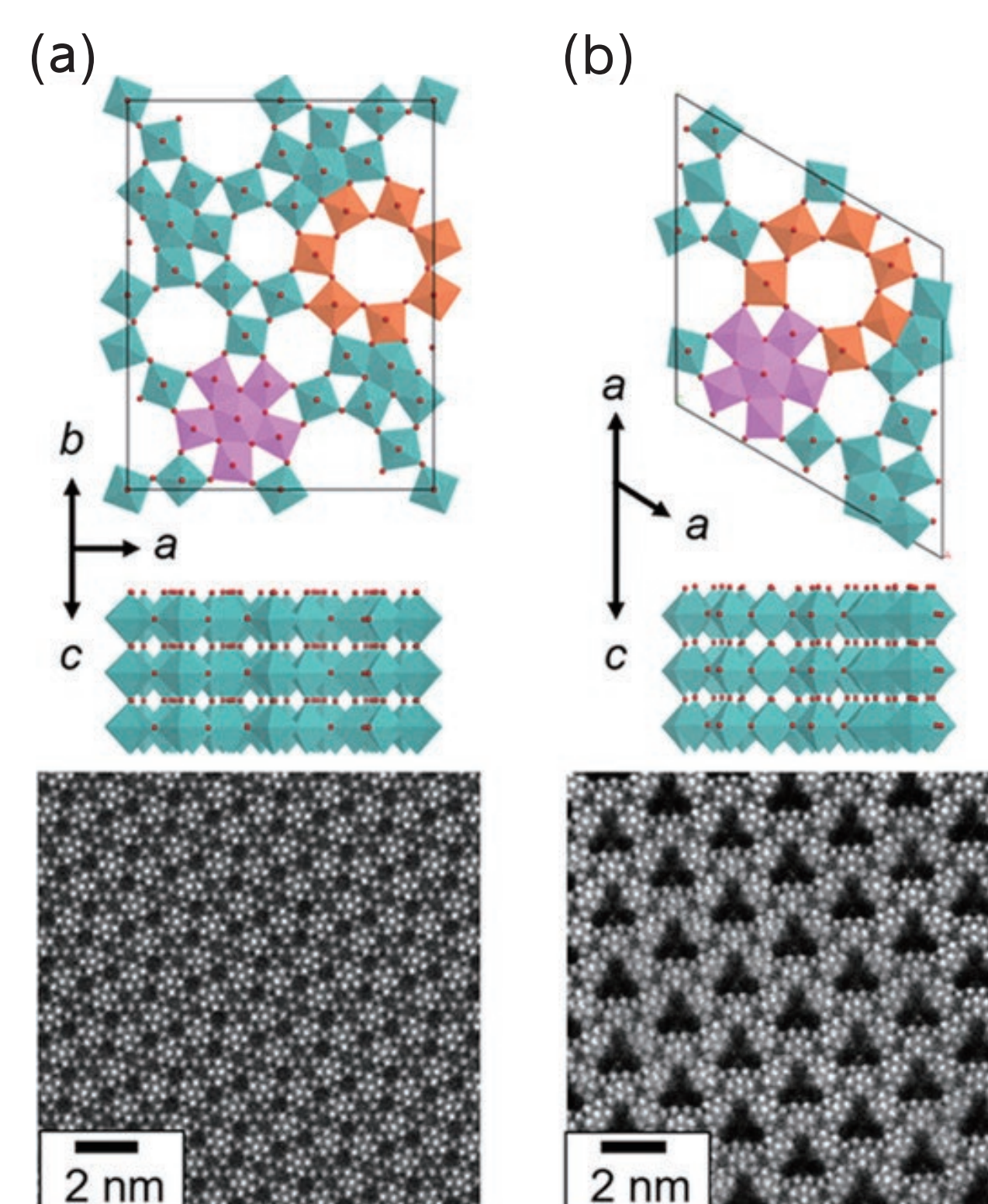


図3 (a) 斜方晶系Mo₃VO_x(Orth-MoVO) (b) 三元系Mo₃VO_x(Tri-MoVO)

MoVO触媒は棒状結晶で、本観察では断面方向からの観察が求められた。電子線ダメージに弱く、結晶の方位合わせが必須な為、画像取得の機会に限られている。

初回の頃は偶然による像取得が主だったが、現在は「観察メモ」の情報をもとに、簡易STEM(HD-2000)で綿密な予備観察を行い、観察に適した破断面を視野登録後、JEM-ARM200Fにて高分解観察を行っている。

観察メモの活用と合わせ、依頼者の的確な誘導のもと確実に効率的な像取得が可能となり、情報取得量が増加した。

True Catalytically Active Structure in Mo-V-Based Mixed Oxide Catalysts for Selective Oxidation of Acrolein

Satoshi Ishikawa et al., ACS Catalysis 2021 11 (16), 10294-10307
DOI: 10.1021/acscatal.1c01570