

透過型電子顕微鏡(TEM)と質量分析計(MS)を接続した in-situガス反応観測システムによるPd触媒反応観測

関連製品: 質量分析計(MS)

はじめに

MEMS-Chip型試料ホルダーにより、汎用TEMにおいても高圧や水中など実際にサンプルを使用する環境に近い条件下での観察が可能となった。さらにMSなどのガス分析機器との組み合わせにより、TEM観察と発生ガス分析を同時に行うことが可能となった。本MSTipsではProtochips社製のin-situサンプルホルダーを装着したJEM-ARM200FにJMS-Q1600GCを結合し、排ガス浄化触媒であるパラジウム(Pd)の反応観測を行ったので報告する。

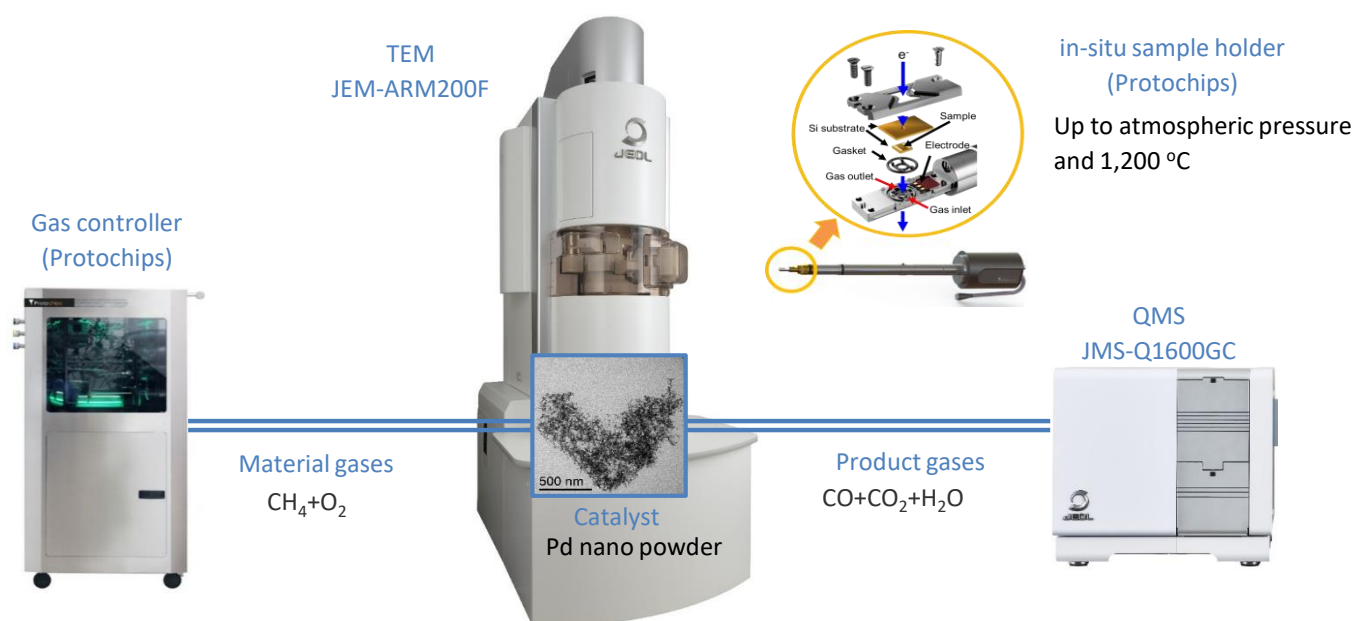


Figure 1 In-situ gas reaction observation system

実験

サンプルには市販のPdナノ粒子を用いた。in-situサンプルホルダーには原料ガスとしてメタン(CH_4)と酸素(O_2)を供給し、25～960℃の範囲で加熱(必要に応じ保持と冷却)しながらTEM観察とMSガス分析を同時に行った。Table 1に各装置の測定条件を示す。

Table 1 Measurement conditions

Gas controller		TEM : JEM-ARM200F	
Gas mixture ratio	$\text{CH}_4/\text{O}_2/\text{He}(\text{dilution gas})=22/5/73$	Accelerating voltage	200kV
Gas supply pressure	10kPa		TEM observation mode
			IDES Electron Dose Modulation
In-situ sample holder		MS : JMS-Q1600GC	
Temperature	25°C - 960°C, 1°C/sec rate	Ionization	El+(70eV), 50μA
	* Held and cooled as necessary	Ion source temperature	100°C
		Acquisition mode	SIM, m/z 4, 15, 16, 18, 28, 32, 44

結果

Figure 2にin-situサンプルホルダーの昇温プログラム(中段)とTEM像(上段)およびモニターイオン m/z 44 (CO_2)におけるSIMクロマトグラム(下段)を示す。560°C付近においてPd粒子の細かい振動と同時に CO_2 の発生が観測された。冷却するとこれらの挙動は止まり、再度加熱することで再現した。更に加熱することでPd粒子の凝縮が観測された。

> 動画はこちら

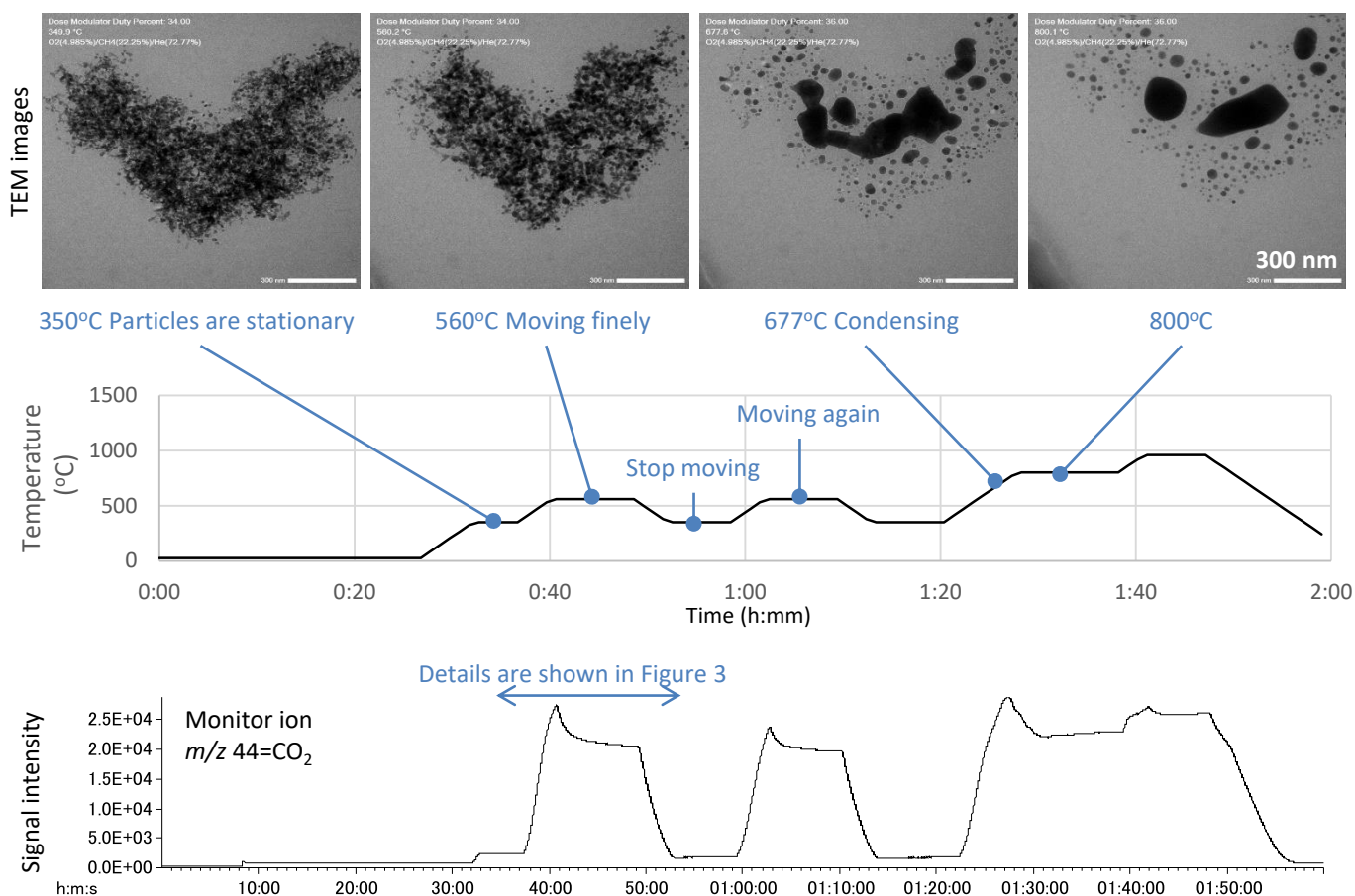


Figure 2 TEM images (upper), Temperature of in-situ sample holder (middle), SIM chromatogram at m/z 44 (lower)

Figure 3にサンプルホルダー温度350→560→350℃の間の、各モニターイオンにおけるSIMクロマトグラムを示す。原料ガスであるメタン(CH_4)と酸素(O_2)の減少、および反応生成物である水(H_2O)、一酸化炭素(CO)、二酸化炭素(CO_2)の増加が観測された。

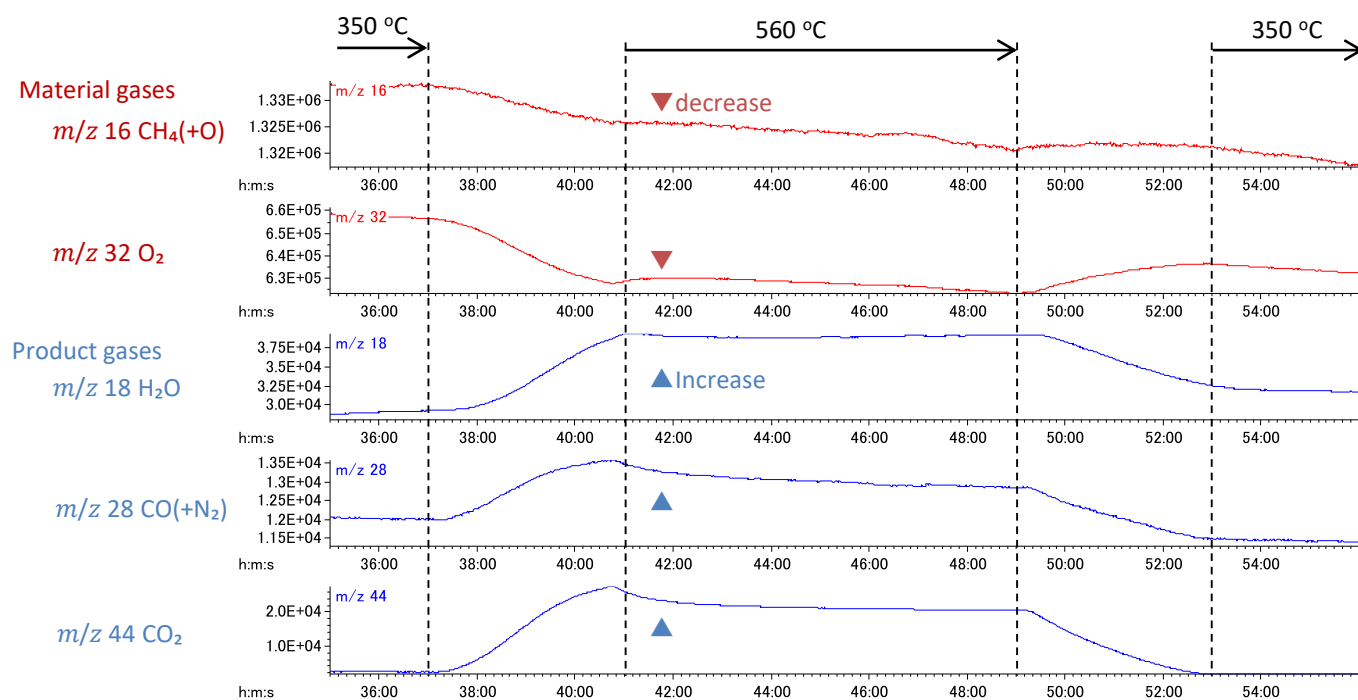


Figure 3 SIM chromatograms at each monitor ions

結論

今回得られた結果はPd触媒反応のメカニズムの解析や、条件最適化において重要となる。JEM-ARM200FとJMS-Q1600GCを組み合わせたin-situガス反応観測システムは触媒など高機能材料の分析での活躍が期待できる。

Copyright © 2023 JEOL Ltd.
このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせください。



本社・昭島製作所
〒196-8558 東京都昭島市武蔵野3-1-2 TEL: (042) 543-1111(大代表) FAX: (042) 546-3353
www.jeol.co.jp ISO 9001・ISO 14001 認証取得

▼ 支店はこちら



東京事務所 〒100-0004 東京都千代田区大手町2丁目1番1号 大手町野村ビル 業務統括センター TEL: 03-6262-3564 FAX: 03-6262-3589 デマンド推進本部 TEL: 03-6262-3560 FAX: 03-6262-3577
SI営業本部 SI販促室 TEL: 03-6262-3567 FAX: 03-6262-3577 セミコンダクタ・ソリューションセールス部 TEL: 03-6262-3567 産業機器営業部 TEL: 03-6262-3570
MEソリューション販促室 TEL: 03-6262-3571 SE事業戦略本部 SE営業グループ TEL: 042-542-2383 (本社・昭島製作所)