多元素ナノ合金の解析に向けた電子顕微鏡技術の高度化

(九大院工 1 、九大超顕微解析研究センター 2 、久留米高専 3) 〇村上恭和 1,2 ・山本知ー 1,2 ・川見洋一郎 2 ・松村晶 3

Advanced Transmission Electron Microscopy for the Studies of Multi-Element Metal Nanoparticles (¹Department of Applied Quantum Physics and Nuclear Engineering, Kyushu University, ²The Ultramicroscopy Research Center, Kyushu University, ³National Institute of Technology, Kurume College) OYasukazu Murakami, ^{1,2} Tomokazu Yamamoto, ^{1,2} Youichiro Kawami, ² Syo Matsumura³

Progress in the science and technologies of multi-element metal nanoparticles inspires further development in the scientific measurements which allow for high-throughput data collection and analysis of the catalytic nanoparticles. Transmission electron microscopy can be a powerful tool for the multidisciplinary research of multi-element metal nanoparticles in terms of the morphology, crystal structure, chemical composition, valency, etc. However, it remains yet challenging to achieve the automated data collection/analysis in transmission electron microscopy, as the data quality is highly dependent on the proficiency of scientists. To tackle this problem, the authors attempt to develop basic methods regarding the automated data collection/analysis of catalysts nanoparticles using scanning transmission electron microscopy (STEM).

As displayed in Fig. 1, STEM provides an element-sensitive image, in which metallic nanoparticles can be highlighted due to the difference in the cross section of inelastic electron scattering from that of support material. To determine the positions of nanoparticles in a STEM image, the authors applied the method of *objective detection* with the aid of deep learning. The other method referred to as *segmentation* enabled further advanced image analysis: that is, the latter method identifies the unfavored portion in STEM, in which two nanoparticles are overlayed with reference to the incident electrons. Application of those methods to analytical electron microscopy promotes high-throughput collection of chemical maps obtained by energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) and other such useful data.

This study was partly supported by "Demonstration Project of Innovative Catalyst Technology for Decarbonization through Regional Resource Recycling" from the Ministry of the Environment, Japan.

Keywords: Electron Microscopy; Deep Learning; Nanoparticle; Catalyst; Image Analysis

多元素ナノ合金触媒に対するハイスループット合成とマテリアルズインフォマティクスの推進に同期して、構造・状態解析を担う計測分野でも技術の革新が求められている。ナノ粒子の形状、結晶構造、化学組成、構成元素の価数等を多面的に評価できる透過電子顕微鏡法は、多元素ナノ合金触媒の解析に欠かせない基幹的な手法である。その一方、良質なデータの収集や、複雑な電子顕微鏡画像の解釈には熟練した研究者の作業に頼る場面が多い。このため電子顕微鏡は、データ収集・データ解析の自動化には縁遠い存在であったと言える。このような技術的問題を解決するために、著者等は走査透過電子顕微鏡法(STEM)におけるデータ収集・データ解析の自動化、高効率化に関わる要素技術の開発を進めている。

図1が示す通り、STEMでは電子の非弾性散乱断面積の違いに起因した、元素依存

性のあるコントラストが得られるため、像強度をもとに金属ナノ粒子と担体を区別することができる。著者等は、深層学習を用いた「物体検出」により、STEM 画像中の金属ナノ粒子の位置を高い確度で決定できる要素技術を整備した。これに続く最近の研究では、深層学習による「セグメンテーション」の技術をもとに、ナノ粒子の存在位置だけでなく、隣接する粒子の重なり具合など存在形態の細部を解析できる技術基盤を整えている。今後、これらの要素技術を分析電子顕微鏡に実装し、所望の金属ナノ粒子に対してエネルギー分散型 X線分光法(EDS)による組成分析等を高効率で実施できる技術を確立する計画である。

本研究の一部は、環境省「地域資源循環を通じた脱炭素化に向けた革新的触媒技術の開発・実証事業」により実施された。

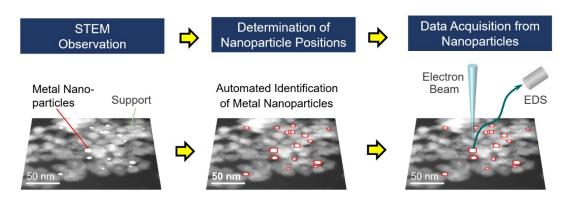


図1 多元素ナノ合金の電子顕微鏡による自動解析のワークフロー。

Fig.1 Schematic illustration of automated transmission electron microscopy for multielement metal nanoparticles.