

# 電子顕微鏡による観察例 (ARIM事業 秀でた成果受賞課題) Examples of observation with an electron microscope (Outstanding Achievement Awards of ARIM Japan)



文部科学省マテリアル先端リサーチインフラ 次世代バイオマテリアルハブ機関  
計測・分析分野 超高压電子顕微鏡施設 荒井重勇

## ヘマタイトメソ結晶のSTEM分析 (令和4年度 秀でた成果)

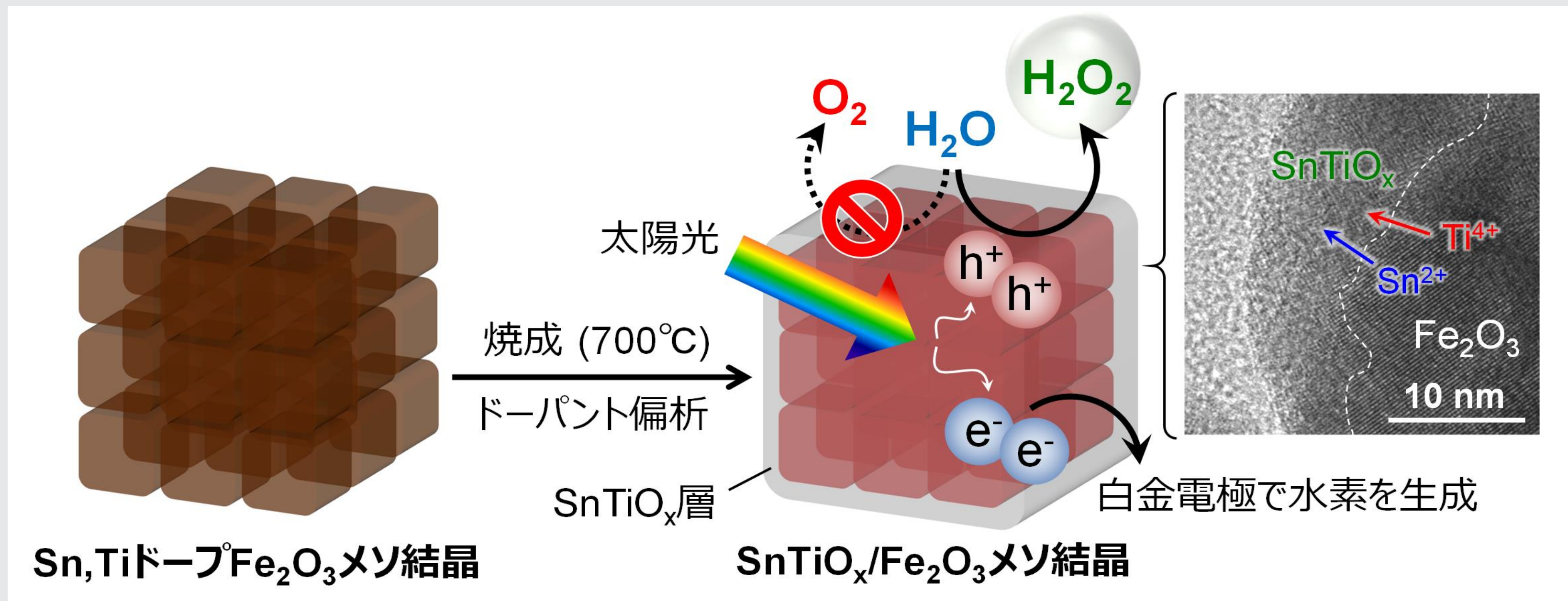
### STEM analysis of bimetallic doped meso-crystalline hematite photocatalyst for hydrogen/hydrogen peroxide production (2022)

立川貴士<sup>a</sup>, 戸澤友和<sup>b</sup>, 丸山秀夫<sup>c</sup>, 武藤俊介 (<sup>a</sup>神戸大学, <sup>b</sup>株式会社カネカ, <sup>c</sup>名古屋大学)

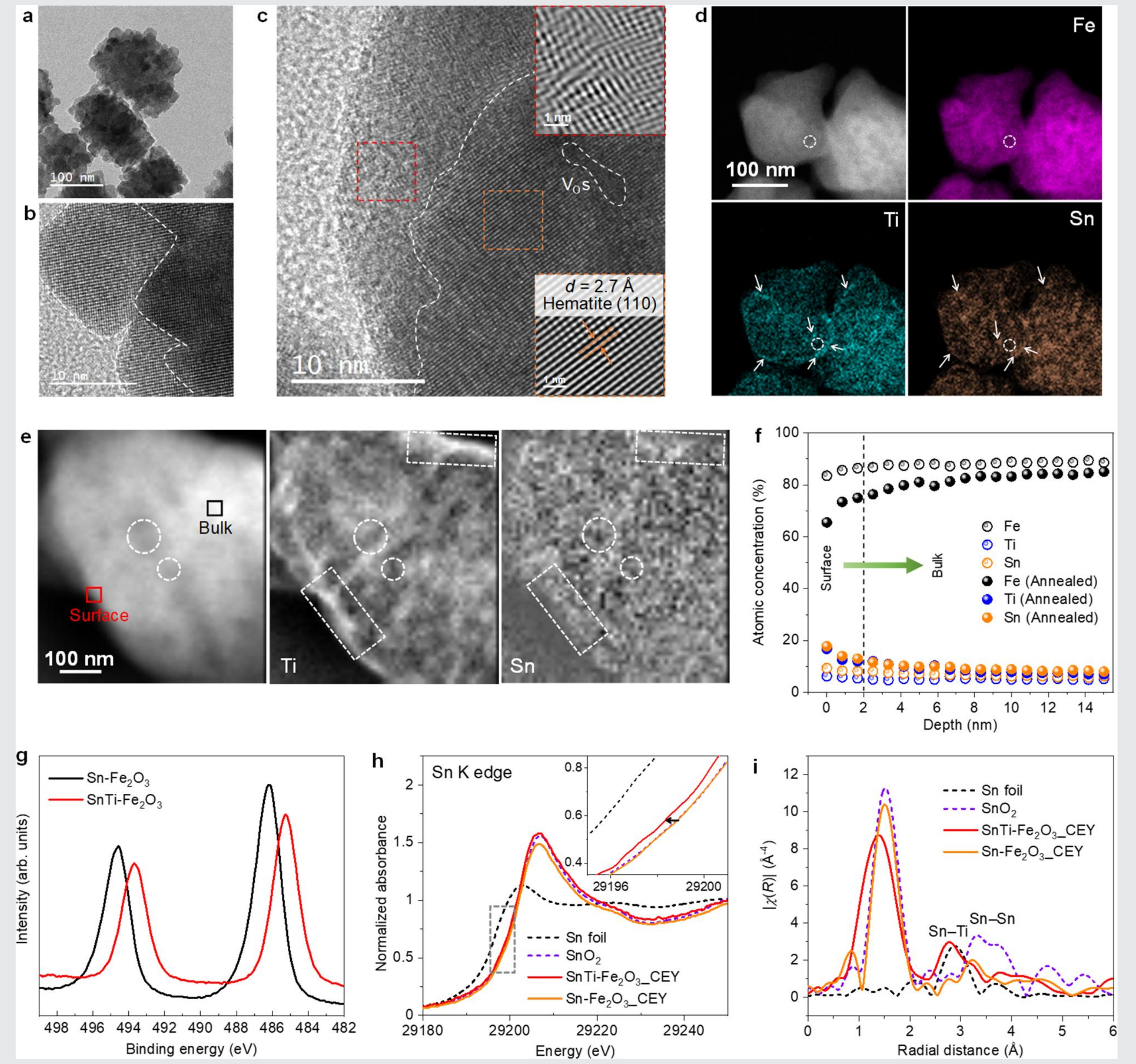
水素を太陽光と水から作り出すことができる光触媒は夢の材料と言われているが、水素製造コストが目標値に達しないという指摘がある。申請者らは、安全・安価・安定で、可視光を幅広く吸収できるヘマタイト (赤錆:  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) のメソ結晶に、異種金属イオンをドーピングし電極化することで、水素とともに、消毒・漂白・土壌改質等で用いられる有用成分である過酸化水素を同時製造出来ることを見出した。さらに合成された試料の構造・機能・触媒メカニズムを第一原理計算、放射光及び電子顕微鏡によるマルチスケール解析によって検証した。成果は令和4年3月に *Nature Communications* (<https://doi.org/10.1038/s41467-022-28944-y>) で公開された。

Photocatalyst, a dream material, capable of producing hydrogen gas from water and solar light, has been argued that the hydrogen production would be never commensurate with the cost. The applicants have demonstrated that meso-crystalline hematite (red rust:  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), safe, low-cost, stable, abundant and visible-light absorbable, was able to produce not only hydrogen gas but also industrially useful hydrogen peroxide at the same time by doping bimetallic impurities as electrodes. They verified the structures and catalytic mechanisms of the synthesized sample, using multi-scale analyses.

The present results are published in *Nature Communications* (<https://doi.org/10.1038/s41467-022-28944-y>) in March, 2022.



水素・過酸化水素生成用メソ結晶光触媒  
ヘマタイトメソ結晶 (約20ナノメートルの微粒子の集合体) にドーピングした  $\text{Sn}^{2+}$  と  $\text{Ti}^{4+}$  が焼成することで熱拡散し、複合酸化物 ( $\text{SnTiO}_x$ ) として偏析する。最表面のSnは酸化されて  $\text{SnO}_2$  となっている。



合成した  $\text{SnTi-Fe}_2\text{O}_3$  メソ結晶光触媒の複合分光分析結果  
(a-c) ヘマタイトメソ結晶のTEM像および高分解能TEM像。(d) ADF-STEM像とEDX元素マップ。(e) ADF-STEM像とEELSによる元素マップ。(f) XPSによる元素深さ分布マップ。(g) 二種類の試料のXPSスペクトル。(h, i) 放射光によるSn-K吸収スペクトル解析結果。

## ポリマー材料の無染色解析技術構築 (令和5年度 秀でた成果)

### Development of a novel stain-free analysis technique for polymer alloy materials (2023)

梅本大樹<sup>a</sup>, 乙部博英<sup>a</sup>, 武藤俊介<sup>b</sup>, 荒井重勇<sup>b</sup> (<sup>a</sup>旭化成株式会社, <sup>b</sup>名古屋大学)

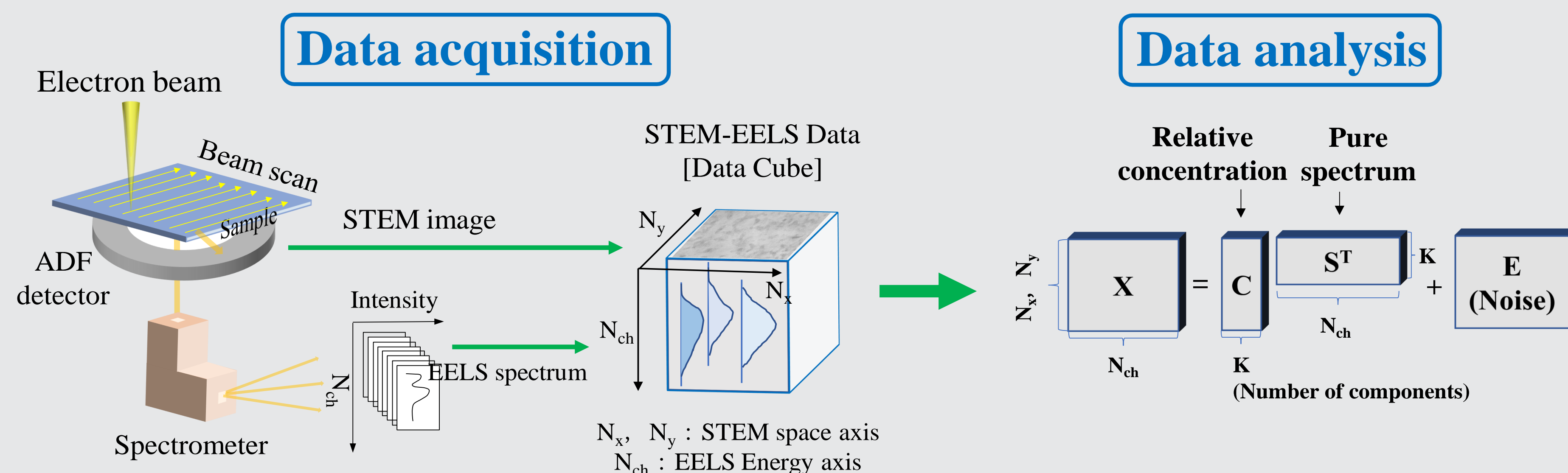
複数種のポリマーを混合して作られるポリマーアロイは、社会のさまざまな分野で広く利用されており、新たな材料の開発も盛んに行われている。材料物性を左右するモルフォロジーの解析技術は、材料開発を行う上で重要な技術の一つである。

我々は、従来技術よりも汎用性に優れ、相同定性を有する新規なモルフォロジー解析技術を構築した。本技術は、超高压電子顕微鏡を用い、低損失エネルギー領域のハイパースペクトルイメージングデータを取得し、次元削減によるスペクトル分解を行うことで実現した。

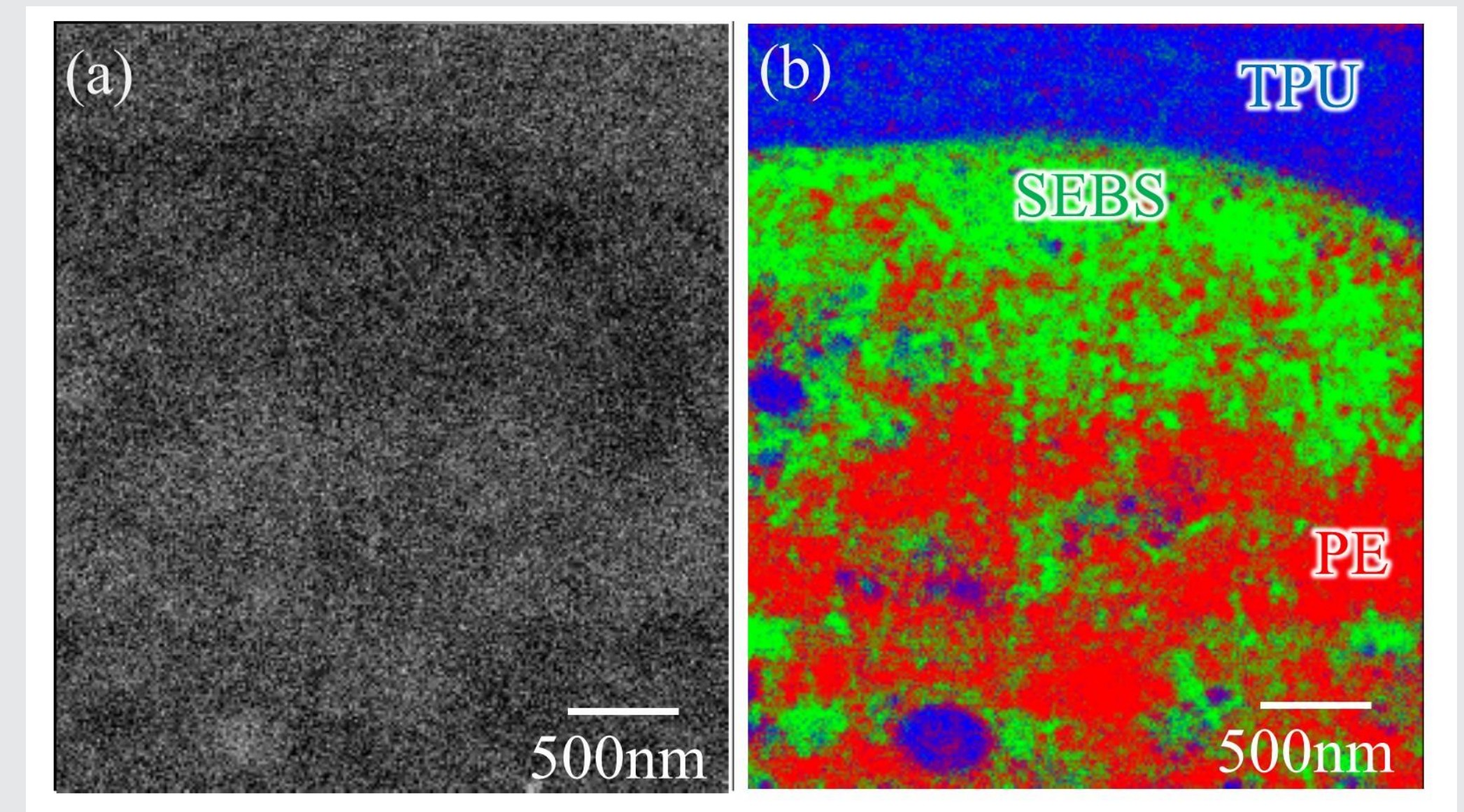
Polym. J. 55, 997–1006 (2023)

Polymer alloys, which are made by blending multiple types of polymers, are widely used in various fields of society and novel materials are being actively developed. Morphology analysis technique is a one of the most important techniques for material development. We have developed a new morphology analysis technique that is more versatile as conventional techniques and has identifiable polymer species. This technique is achieved by acquiring hyperspectral imaging data in the low-loss energy region using an Ultra-high-voltage electron microscope and performing spectral decomposition by dimensionality reduction.

Polym. J. 55, 997–1006 (2023).



STEM-EELSハイパースペクトルイメージング法の概念図



合成ゴム系ポリマーアロイの解析結果  
(a) ADF-STEM像 (b) 化学状態分布