

# マテリアル先端リサーチインフラ利用報告書

## ARIM User's Report

[Release : 2023.07.28] [Update : 2023.05.19]

### 課題データ / Project Data

課題番号 Project Issue Number	22NM0028
利用課題名 Title	透過型電子顕微鏡法によるナノ細孔質の高次構造を有する無機/複金属酸化物系複合物質の微細構造解析
利用した実施機関 Support Institute	物質・材料研究機構 / NIMS
機関外・機関内の利用 External or Internal Use	外部利用/External Use
ARIM半導体基盤PF 関連課題 Related to ARIM-SETI	指定なし / No Designation
横断技術領域 Cross-Technology Area	物質・材料合成プロセス/Molecule & Material Synthesis 計測・分析/Advanced Characterization
重要技術領域 Important Technology Area	次世代ナノスケールマテリアル/Next-generation nanoscale materials マテリアルの高度循環のための技術/Advanced materials recycling technologies
キーワード Keywords	Zn-Cu-O系ナノ粒子,Zn-Cu-Al合金,アルカリ処理

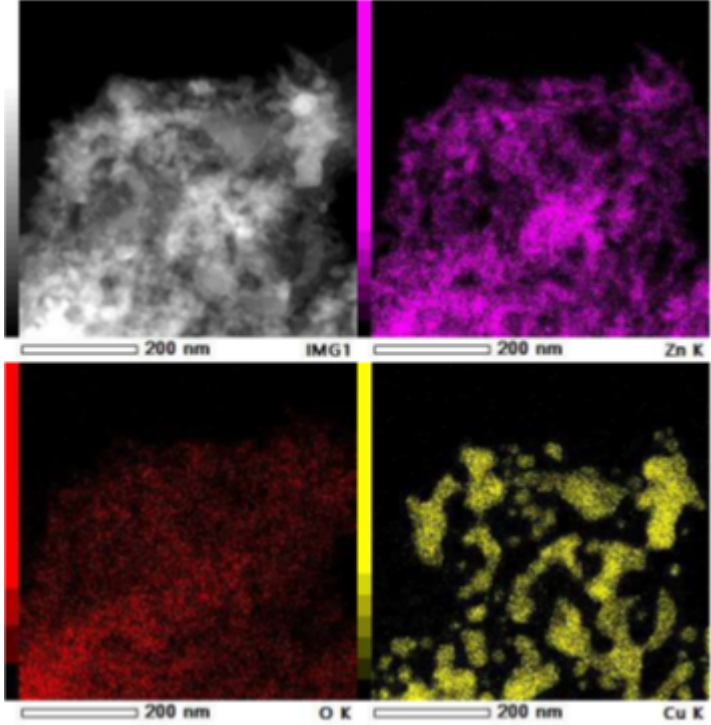
### 利用者と利用形態 / User and Support Type

利用者名 (課題申請者) User Name (Project Applicant)	山崎 淳司
所属名 Affiliation	早稲田大学創造理工学部環境資源工学科
共同利用者氏名 Names of Collaborators Excluding Supporters in the Hub and Spoke Institutes	
ARIM実施機関支援担当者 Names of Supporters in the Hub and Spoke Institutes	
利用形態 Support Type	機器利用/Equipment Utilization,技術補助/Technical Assistance

### 利用した主な設備 / Equipment Used in This Project

利用した主な設備 Equipment ID & Name	NM-503 : 200kV電界放出形透過電子顕微鏡 (JEM-2100F1) NM-504 : 200kV電界放出形透過電子顕微鏡 (JEM-2100F2)
---------------------------------	--

## 報告書データ / Report

<p>概要（目的・用途・実施内容） Abstract (Aim, Use Applications and Contents)</p>	<p>Zn-Cu-Al系合金を、常圧下において簡易焼結法で作製した後、アルカリ処理を行い、ZnO/Cu系の特異な微細構造を有する複合ナノ粒子を調製した。その微細構造をTEM-STEM-EDXで解析した。</p>
<p>実験 Experimental</p>	<p>アルミナ製チューブ（タンマン管）に、Zn、Cu、Alの微粉（<math>&lt; \phi 1 \mu\text{m}</math>）にフラックスとしてKClを混合した粉体を詰め、その上部を石英ウールで充填し、常圧下で600 °C~1000 °Cで24時間焼結した。これにより得られたZn-Cu-Al系合金を、適当な粒度に切断し、1 M~10 MのNaOH水溶液中で60 °C、1~6 hのアルカリ処理を施した。アルカリ処理により、AlとKClが溶脱して、様々な微構造を有するZnO/Cu系複合ナノ粒子を調製した。構造解析には、NIMS電顕ステーションのJEM-2100F型分析電子顕微鏡を用いた。サンプルはMo150Pマイクログリッド（OKEN）上に分散させ、EDX分析対応型の2軸傾斜ホルダーに装着した。TEM, HAADF-STEM, EDX-mapping等の観察モードにて、複合体の組織・構造観察や元素マッピングを行い、各種物性との対応関係を考察した。</p>
<p>結果と考察 Results and Discussion</p>	<p>本プロセスで調製されたZnO/Cu系複合ナノ粒子は、数十nm~100 nm程度の粒子径と、20 nm以下の結晶子サイズのZnOとCu相の入り組んだ複雑な組織からなることが、HRTEMおよびSTEMイメージングによりわかった（図1）。その構成相の結晶子サイズや組織などの物性は、始めに作製するZn-Cu-Al系合金の出発組成、焼結温度、熱履歴、そしてアルカリ処理（ラネー処理）のNaOH水溶液濃度、温度、時間に依存して、様々な微細構造をとることが示された。一般に金属酸化物ナノ粒子は、容易に2次凝集・固結して失活しやすいが、本ナノ微粒子試料は、約100 m<sup>2</sup>/gの比表面積を有し、室温・常圧下でアセトンをほぼ100 %の分解触媒活性を有することがわかった。本触媒活性は、ZnO相の触媒活性点の高濃度での表出とCu相との電荷移動により活性が保持される機構が推察された。</p>
<p>図・表・数式 1 Figures, Tables and Equations 1</p>	 <p>図1 ZnO/Cu系複合ナノ微粒子のSTEM暗視野像（左上）、STEMマッピング像（Zn（右上）、O（左下）、Cu（右下））</p>
<p>その他・特記事項（参考文献・謝辞等） Remarks(References and Acknowledgements)</p>	<p>本研究の一部は、文部科学省委託事業マテリアル先端リサーチインフラ課題として物質・材料研究機構の支援を受けて実施されました。実験遂行にあたり、技術補助として直接のご支援を頂きました伊坂紀子様をはじめ、NIMS電顕ステーションの皆様にも深く感謝いたします。</p>

成果発表・成果利用 / Publication and Patents

DOI (論文・プロシーディング) DOI (Publication and Proceedings)	
口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文 Oral Presentations etc.	
特許出願件数 Number of Patent Applications	0件
特許登録件数 Number of Registered Patents	0件