

研究活動報告

形態評価研究分野 (1997.1~1997.12)

教授：進藤大輔

助手：谷山 明, 村上恭和

研究留学生：梁 俊 模, 林 聖 煥, 朴 英 吉

大学院生：佐々木直人, 瀬川昌幸, 中藤 淳, 安藤邦展, 鎌田武彦
丹羽崇文

本研究分野では、各種先端素材の形態を原子レベルで評価するとともに、その内部構造や磁区構造についても、新しい電子顕微鏡法を駆使して解析を実施している。本年は、特に、各種素材・材料の解析結果をデータベース化すると共に、これらのデータを基に、単分散微粒子の成長過程をコンピュータシミュレーションを用いて再現・考察する新しい試みもスタートさせている。具体的な研究活動内容の主なものは以下の通りである。

1. ピーナツ型単分散ヘマタイト粒子の結晶成長過程のシミュレーション

超薄連続切片法を用いて作製した試料の電子顕微鏡観察より、ゲルゾル法を用いて合成された単分散微粒子の内部構造をこれまで明らかにしてきた。本研究では、ピーナツ型単分散ヘマタイト粒子について、電子顕微鏡観察の結果を基にその結晶成長過程のコンピュータシミュレーションを行った。シミュレーションでは、まず、電子顕微鏡観察に基づき粒子を構成する微細な単結晶（結晶子）をモデル化し、乱数を用いて核発生から粒子の成長過程を追跡した。結晶子間の相互作用の効果を適切に考慮することにより、実験で得られているピーナツ型単分散ヘマタイト粒子の外形および内部構造と良く合致する微粒子がコンピュータシミュレーションによって再現されている。本研究は、液相制御研究分野との共同で進められている。

2. メカノケミカル法によって作製した CaTiO_3 の微細構造評価

CaO と TiO_2 の混合物のメカノケミカル法によって作製された CaTiO_3 の微細構造を、主に、電子顕微鏡を用いて原子レベルで観察した。1時間の混合粉碎では、非晶質相に変わり、2時間の混合で微細な CaTiO_3 の相が形成されることがわかった。さらに、5時間の混合で粒径が20nm程度となり、結晶性の良い粒子がえられることが明らかとなっている。本研究は、機械精製研究分野との共同で進められている。

3. 電子顕微鏡画像データベース“えみりあ”の改良と拡充

昨年10月より、形態評価研究で得られた電子顕微鏡画像の保存と検索を目的に、素材研のホームページに電子顕微鏡画像のデータベース“えみりあ”(EMILIA: Electron Microscope Image Library and Archive)の構築を実施した。本年5月には、これらのデータベースに加え、学部学生や電子顕微鏡の初心者などを対象とした高分解能電子顕微鏡法の基礎的な話題に関する情報も掲載し、データベース全体の拡充を図っている。本研究は、技術情報室との共同で実施している。

4. $(\text{Bi}_{0.2}\text{Ca}_{0.8})\text{MnO}_3$ の低温相の構造評価

$(\text{Bi}_{0.2}\text{Ca}_{0.8})\text{MnO}_3$ は、 $(\text{La}_{0.2}\text{Ca}_{0.8})\text{MnO}_3$ と同様、低温で巨大磁気抵抗を示す物質として注目されている。本研究では、低温ステージを導入した電子顕微鏡を用い、相変態に伴う構造の変

化を電子回折図形と格子像の観察より解析した。その結果、基本格子の32倍と36倍の周期をもつ構造を新たに見いだした。また、電子回折強度の詳細な解析より、低温相で生じる規則格子反射は、 Mn^{3+} と Mn^{4+} の規則配列に伴う格子歪の結果生じるものと理解された。

5. Ni 基合金中の析出物相界面の構造評価

析出強化型 Ni 基合金である INCONEL718 は、重要な実用構造材料である。この合金の機械的性質を理解する上で、その析出物の形態、特に母相との界面構造を詳細に明らかにする必要がある。本研究では、母相と析出相、特に Laves 相の界面を超高圧高分解能電子顕微鏡を用いて観察し、母相と析出相の結晶方位関係や界面の原子配列様式を明らかにした。

6. ローレンツ電子顕微鏡法と電子線ホログラムを用いた磁区構造評価

Sm-Co 永久磁石材料の磁区構造を明らかにするため、超高圧電子顕微鏡を用いたローレンツ電子顕微鏡像観察と電界放射型電子銃とバイプリズムを利用した電子線ホログラムの観察を実施した。ローレンツ電子顕微鏡像からは、磁区構造や磁壁の幅に関する情報が得られ、また、電子線ホログラムからは試料内外での磁界の強さに関する情報が得られている。試料内の格子欠陥とこれら磁区構造等との対応を今後明らかにしてゆく計画である。

7. ALCHEMI による Cr_2Nb ラーベス相中の添加元素位置の決定

Cr_2Nb のラーベス相の機械的性質を向上させるために、種々の遷移金属元素の微量添加が精力的に行われている。これらの添加元素が機械的性質に及ぼす影響を理解する上で、その原子位置を決定することは基礎的に重要である。本研究では、電子チャンネルリング効果を利用した原子位置決定法 (ALCHEMI: アルケミ) を用い、Ti, Mo, V などの元素位置を決定した。Ti, Mo は、Nb サイトを、また V は、Cr サイトを優先的に占有することがわかった。