

# 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 : 2024.07.25] [Update : 2024.04.02]

### 課題データ / Project Data

課題番号 Project Issue Number	23KU0021
利用課題名 Title	機能性ナノ材料の微構造解析
利用した実施機関 Support Institute	九州大学 / Kyushu Univ.
機関外・機関内の利用 External or Internal Use	外部利用/External Use
横断技術領域 Cross-Technology Area	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 量子・電子制御により革新的な機能を発現するマテリアル/Materials using quantum and electronic control to perform innovative functions
キーワード Keywords	強誘電体、結晶構造、圧電体

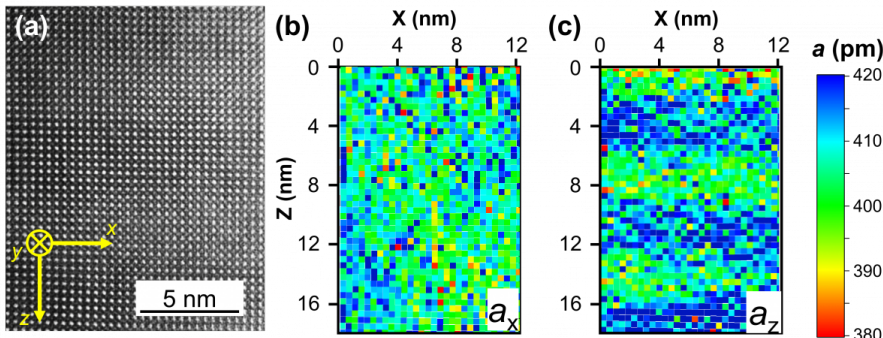
### 利用者と利用形態 / User and Support Type

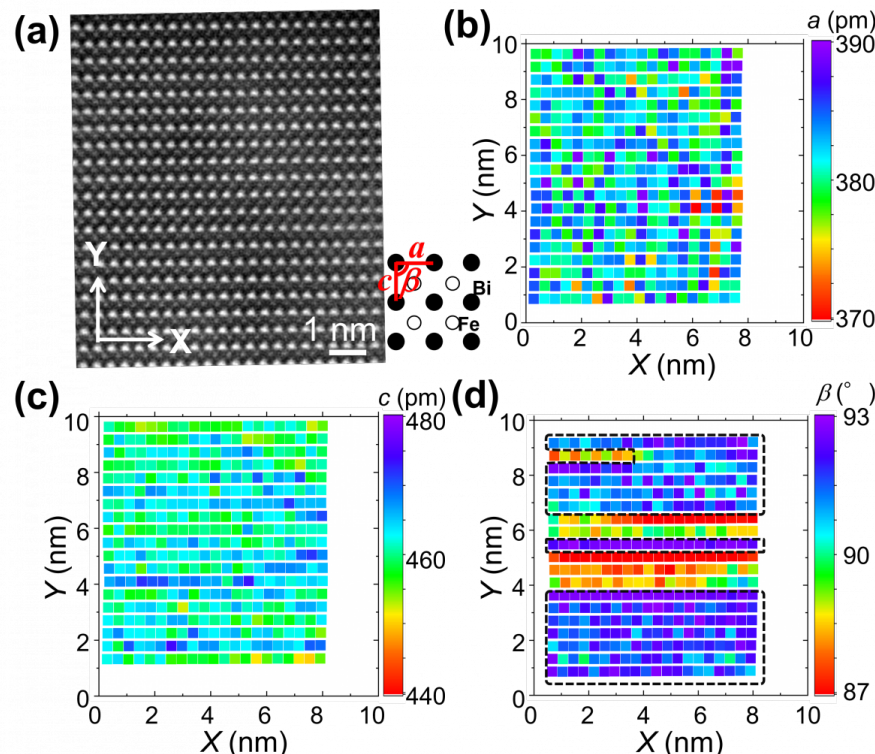
利用者名（課題申請者） User Name (Project Applicant)	佐藤 幸生
所属名 Affiliation	熊本大学半導体・デジタル研究教育機構
共同利用者氏名 Names of Collaborators in Other Institutes Than Hub and Spoke Institutes	
ARIM実施機関支援担当者 Names of Collaborators in The Hub and Spoke Institutes	
利用形態 Support Type	機器利用/Equipment Utilization

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

利用した主な設備 Equipment ID & Name	KU-004 : 広電圧超高感度原子分解能電子顕微鏡
---------------------------------	----------------------------

### 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>ナノスケールの誘電体、半導体デバイスなどの機能性ナノ材料におけるナノ・原子レベルでの構造の理解に基づき、物性の微視的起源を明らかにすることを目的として研究を行った。解析の対象となった材料系は、酸化ハフニウムジルコニウム (<math>\text{Hf}_{0.5}\text{Zr}_{0.5}\text{O}_2</math>) のナノ粒子、<math>\text{Pb}(\text{Zr}_{0.65}\text{Ti}_{0.35})\text{O}_3/\text{Pb}(\text{Zr}_{0.30}\text{Ti}_{0.70})\text{O}_3</math>の人工超格子薄膜、<math>\text{LaAlO}_3</math>基板上的<math>\text{BiFeO}_3</math>膜などであった。原子分解能走査透過型電子顕微鏡 (STEM) 観察から原子位置を詳細に求めることで、ナノスケールの局所領域における結晶相の解析を中心に行った。</p>
<p>実験 Experimental</p>	<p>九州大学超顕微解析研究センターにおいて、「広電圧超高感度原子分解能電子顕微鏡」(KU-004)を使用して、原子分解能高角度環状暗視野 (HAADF) STEM像の取得を行った。後日、画像解析による高精度解析に用いるため、同一視野から複数枚の画像を取得した。</p>
<p>結果と考察 Results and Discussion</p>	<p>酸化ハフニウムジルコニウム (<math>\text{Hf}_{0.5}\text{Zr}_{0.5}\text{O}_2</math>) のナノ粒子については、<math>900^\circ\text{C}</math>で24時間の熱処理を行った粉末中で、一部の試料が粗大化しており、原子分解能STEM像から得られた格子定数マップから、これらの粗大粒子は安定相の単斜晶相であることが明らかとなった。<math>\text{Pb}(\text{Zr}_{0.65}\text{Ti}_{0.35})\text{O}_3/\text{Pb}(\text{Zr}_{0.30}\text{Ti}_{0.70})\text{O}_3</math>人工超格子については、原子分解能STEM像 (図1(a)) から得た格子定数マップ (図1(b)~(c)) より、<math>\text{Pb}(\text{Zr}_{0.65}\text{Ti}_{0.35})\text{O}_3</math>層が通常とは異なる正方晶的な格子の形を有していること、<math>\text{Pb}(\text{Zr}_{0.30}\text{Ti}_{0.70})\text{O}_3</math>層が通常とは異なるc軸の短い正方晶的な格子の形を有していることが明らかとなった。最後に、<math>\text{LaAlO}_3</math>基板上的<math>\text{BiFeO}_3</math>膜については、原子分解能STEM像 (図2(a)) から得られた格子定数マップ (図2(b)~(d)) から、多数の双晶境界が導入された単斜晶相の形成が確認された。</p>
<p>図・表・数式 1 Figures, Tables and Equations 1</p>	 <p>Fig. 1 (a) Atomic-scale HAADF STEM image of <math>\text{Pb}(\text{Zr}_{0.65}\text{Ti}_{0.35})\text{O}_3/\text{Pb}(\text{Zr}_{0.30}\text{Ti}_{0.70})\text{O}_3</math> superlattice and (b) <math>a_x</math> and (c) <math>a_z</math> map calculated from the image in (a).</p>

<p>図・表・数式 2 Figures, Tables and Equations 2</p>	 <p>Fig. 2 (a) Atomic-scale HAADF STEM image of <math>\text{BiFeO}_3</math> and (b) a, (c) c, and (d) beta maps calculated from the image in (a).</p>
<p>その他・特記事項 (参考文献・謝辞等) Remarks(References and Acknowledgements)</p>	

成果発表・成果利用 / Publication and Patents

<p>DOI (論文・プロシーディング) DOI (Publication and Proceedings)</p>	
<p>口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[1] Oral Presentations etc.</p>	<p>佐藤幸生, 木村剛基, 権 相暁, 譚 廣, 神野 伊策, "Pb(ZrxTi1-x)O3組成変調超格子の原子スケール構造解析", 第40回強誘電体会議 (FMA), 京都工芸繊維大学・オンライン, 令和5年5月25日</p>
<p>口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[2] Oral Presentations etc.</p>	<p>佐藤幸生, "強誘電ナノ構造とその電場応答", 日本顕微鏡学会第79回学術講演会, くにびきメッセ, 令和5年6月27日</p>
<p>口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[3] Oral Presentations etc.</p>	<p>竹崎晴海, 佐藤幸生, "Hf0.93Y0.07O2ナノセラミックスの作製及び誘電特性の評価", 強誘電秩序とその操作に関わる 第17回 夏の学校, リファレンスキャナルシティ博多, 令和5年9月23日</p>
<p>口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[4] Oral Presentations etc.</p>	<p>野口大地, 三谷海斗, 佐藤幸生, "準安定相Hf0.5Zr0.5O2ナノ粒子の相転移挙動", 強誘電秩序とその操作に関わる 第17回 夏の学校, リファレンスキャナルシティ博多, 令和5年9月23日</p>
<p>口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[5] Oral Presentations etc.</p>	<p>佐藤幸生, "高確度その場電子顕微鏡法・分光法による超軌道分裂の学理構築", 強誘電秩序とその操作に関わる 第17回 夏の学校, リファレンスキャナルシティ博多, 令和5年9月24日</p>

口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[6] Oral Presentations etc.	佐藤幸生, "原子分解能およびその場電子顕微鏡法で明らかにする外場応答の微視的起源", 第17回物性科学領域横断研究会, 名古屋工業大学, 令和5年11月24日
口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[7] Oral Presentations etc.	佐藤幸生, 永沼博, "LaAlO <sub>3</sub> 基板上BiFeO <sub>3</sub> 膜における未知結晶相および薄膜基板界面の高精度原子位置解析", 学術変革B 超軌道分裂による新奇巨大界面応答 第2回研究成果報告会, 東京大学・オンライン, 令和6年1月4日
口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[8] Oral Presentations etc.	野口大地, 三谷海斗, 佐藤幸生, "Hf <sub>0.5</sub> Zr <sub>0.5</sub> O <sub>2</sub> ナノ粒子における相転移挙動の解析", 日本セラミックス協会2023年秋季シンポジウム, 京都工芸繊維大学, 令和5年9月6日
口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[9] Oral Presentations etc.	Yukio Sato, "Understanding of ferroelectric nanostructure and its response using electron microscopy" International Symposium on the Frontiers of Functional Inorganic Materials Research, I2Cner, Kyushu University, Fukuoka, Japan, 2023.5.29
口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[10] Oral Presentations etc.	Yukio Sato, Goki Kimura, Sang-Hyo Kweon, Goon Tan, Isaku Kanno, "Atomic-scale electron microscopy analysis of composition-modulated PZT superlattice", The 7th Japan-Slovenia workshop, online, 2023.6.2
口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[11] Oral Presentations etc.	Yukio Sato, Goki Kimura, Sang-Hyo Kweon, Goon Tan, Isaku Kanno, "Observation of polar nanostructure in composition modulated Pb(Zr,Ti)O <sub>3</sub> superlattice", The 20th International Microscopy Congress, Busan Exhibition and Convention Center, Busan, South Korea, 2023.9.11
口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[12] Oral Presentations etc.	Yukio Sato, Goki Kimura, Sang-Hyo Kweon, Goon Tan, Isaku Kanno, "Polar Nanostructure in Composition Modulated Pb(Zr,Ti)O <sub>3</sub> Superlattice", The Materials Science & Technology (MS&T) 23, Greater Columbus Convention Center, Columbus, USA, 2023.10.2.
口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[13] Oral Presentations etc.	Daichi Noguchi, Yoshifumi Fuchikami, and Yukio Sato, "Grain-size effects prevent formation of stable monoclinic phases in Hf <sub>0.5</sub> Zr <sub>0.5</sub> O <sub>2</sub> nanoparticles". submitted.
口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[14] Oral Presentations etc.	Yukio Sato, Goki Kimura, Sang-Hyo Kweon, Goon Tan, Isaku Kanno, "Disruption of polar order in lead zirconate titanate by composition-modulated artificial superlattice", submitted.
口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[15] Oral Presentations etc.	Yukio Sato and Hiroshi Naganuma, "The coexistence of 2 × 2 superstructure and monoclinic phases in bismuth ferrite thin film studied via distortion-corrected scanning transmission electron microscopy", submitted.
特許出願件数 Number of Patent Applications	0件
特許登録件数 Number of Registered Patents	0件