

令和 3 年 6 月 4 日現在

機関番号：17102

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2018～2020

課題番号：18H01710

研究課題名(和文) 誘電体における光誘起物性の電子顕微鏡オペランド測定による微視的起源解明

研究課題名(英文) Clarification of Microscopic Origin of Photo-Induced Properties in Dielectrics by Operando Electron Microscopy

研究代表者

佐藤 幸生 (Sato, Yukio)

九州大学・工学研究院・准教授

研究者番号：80581991

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 13,800,000円

研究成果の概要(和文)：電場・光などの外場を応答にしたときに生じる物性の起源を微視的構造変化の直接観察から捉えることを目的として、電場・光照射原子分解能走査透過型電子顕微鏡法の開発を行った。これを誘電体セラミックスに適用して、光誘起起電力の測定や電場印加時の微構造・原子配列直接観察を行った。開発された光誘起・電場印加電子顕微鏡ホルダーを用いて、7 pmの小ささの電場誘起歪みの原子分解能観察、リラクサー型強誘電体におけるラメラ状ナノ構造の発見、原子分解能電子顕微鏡像から格子定数を正確に測定できる「2段階アフィン変換法」の開発などが達成された。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究の学術的意義は、電場・光という外的刺激を与えたままで原子分解能電子顕微鏡観察および高精度原子位置測定が可能であるという技術的なポテンシャルを示したこと、強誘電体分野における新規ナノ構造を発見したことなどにある。社会的意義としては、開発された手法が誘電体のみならず、電池、トランジスタ等の光・電気デバイスの解析にも適用可能であることから材料解析の新しい可能性が拓かれたことや、新しい誘電体材料の開発につながり得る知見が得られたことが挙げられる。

研究成果の概要(英文)： We have developed photo-electric field induced operando electron microscopy in order to understand the origin of physical properties from direct observation of microstructural change. We applied this method to dielectric/ferroelectric materials for measuring photo-induced voltage and change of nanostructure as well as atomic arrangement. By using the newly developed electron microscopy specimen holder, we have succeeded in observing electric-field induced strain as small as 7 picometer, discovering lamellar-like nanostructure in relaxor ferroelectrics, and developing two-step affine transformation method that allows us to measure lattice parameters from atomic-scale scanning transmission electron microscopy image very accurately.

研究分野：電子セラミックス

キーワード：誘電体 その場観察 電子顕微鏡 電場印加 光

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

(1) ペロブスカイト型の結晶構造を有する誘電体化合物において、光照射・電場印加で発生する物理現象が注目されている。しかしながら、これらの誘電体化合物に対して、光や電場などの外的刺激を与えた時に起こる構造変化と諸物性の相関性については未解明の点が多かった。

(2) これらの点について微構造観察の手法からアプローチするに際して、透過型電子顕微鏡法は有力な手法の1つである。しかしながら、電場印加・光照射を行いながらの観察、特に原子分解能直接観察は広く行われていなかった。

### 2. 研究の目的

(1) 上述の背景を踏まえて、光照射および電場印加を行いながら原子分解能電子顕微鏡観察を行える試料ホルダーを制作することを第一の目的とした。

(2) (1) で制作された試料ホルダーを用いて、ペロブスカイト型の結晶構造を有する誘電体化合物を外的刺激下で観察し、その構造解析ならびにその変化について検討することを第二の目的とした。

### 3. 研究の方法

光照射・電場印加電子顕微鏡試料ホルダーは株式会社メルビルと共同で設計および制作を行った。光照射機能のテストには、市販の金ナノ粒子を専用の TEM 観察用グリッドに担持したものに市販の BaTiO<sub>3</sub> 単結晶を厚さ 2 μm 程度の薄片に加工した上で起電力測定用の特殊グリッドに導通を取りつつ接着したものをを用いた。また、ペロブスカイト型の結晶構造を有する誘電体化合物として、BaTiO<sub>3</sub> 単結晶、SrTiO<sub>3</sub> 単結晶、Pb(Mg<sub>1/3</sub>Nb<sub>2/3</sub>O<sub>3</sub>) (PMN) 単結晶、Pb(Mg<sub>1/3</sub>Nb<sub>2/3</sub>O<sub>3</sub>)-32%PbTiO<sub>3</sub> 単結晶をそれぞれ観察対象として用いた。PMN 単結晶は現 NIMS 清水荘雄氏ならびに現名古屋大学谷口博基氏がフラックス法によって合成したものをを用い、それ以外の単結晶は市販のものをを用いた。透過型 / 走査透過型電子顕微鏡 (TEM/STEM) 観察には、収束系の球面収差補正器を搭載した JEM-ARM200F 型電子顕微鏡 (株)日本電子製) を主に加速電圧 200 kV で用いた。電場印加および起電力測定には Keithley 社の Model 2450 型ソースメータを上述の光照射・電場印加電子顕微鏡試料ホルダーに接続して用いた。

### 4. 研究成果

本研究計画で制作された電子顕微鏡ホルダーの写真を図 1 に示す。左側が先端部 (試料搭載部) 右側が後方部であり、後方部には電場印加・起電力測定用の接続端子と発光ダイオードに電力を供給するための端子がある。

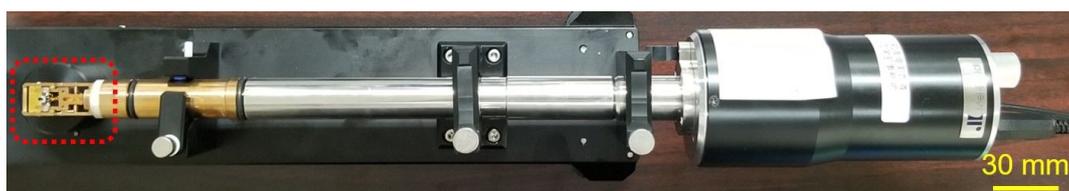


図 1 . 本研究で開発された光誘起・電場印加電子顕微鏡ホルダーの写真

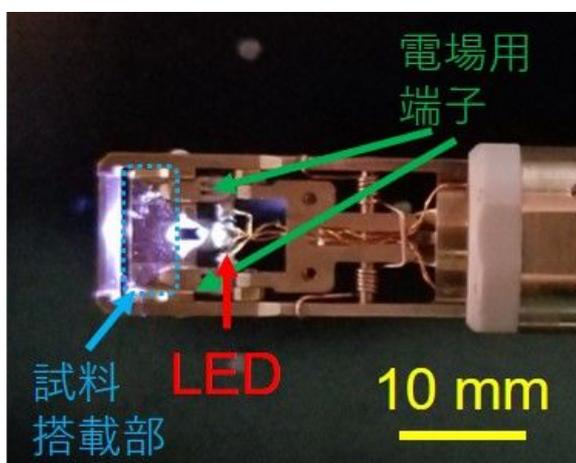


図 2 . ホルダー先端部の写真

図 1 の点線でおおよその領域を示す部分を拡大して撮影した写真が図 2 である。ホルダー先端部には発光ダイオード (LED) が取り付けられており、直流電源を供給することで発光させることが可能である。写真では白色のダイオードを使用しているが、ダイオードは交換が可能であるために異なる波長の光照射について実験が可能である。また、搭載する試料に電場を印加 / 起電力を測定するための端子を取り付けてあり、試料を搭載するグリッドのデザインを敵千津に設定することで電場印加・電圧 / 電流測定も可能となる。

光照射を行いながら TEM 観察を行った結果の一例が図 3 である。(a)が白色光照射直前、(b)白色光照射開始から約 5 秒後の写真である。像中の黒い粒子状のものが金のナノ粒子である。(a)と(b)において同一のナノ粒子を矢印および点線の○印で示しているが、光照射により視野の移動が起こってはいるものの光照射下で TEM 観察が可能であることが確認できた。視野移動の原因は光照射で熱が発生したことによるグリッド素材(薄いカーボン膜)の変質である可能性が高いと考えている。

次いで、光照射による起電力測定のためのテストを BaTiO<sub>3</sub> 単結晶を厚さ約 2 μm 程度に薄片化したもので行った。図 4 には、試料に約 20 pA の一定電流を流しながら、試料両端における電圧を測定した結果を示す。白色光の照射の ON と OFF を繰り返すたびに電圧の上昇・降下を繰り返されていることが分かる。この試料では約 0.05 V の起電力発生が認められた。したがって、制作した試料ホルダーで光起電力の測定が可能であることが示された。

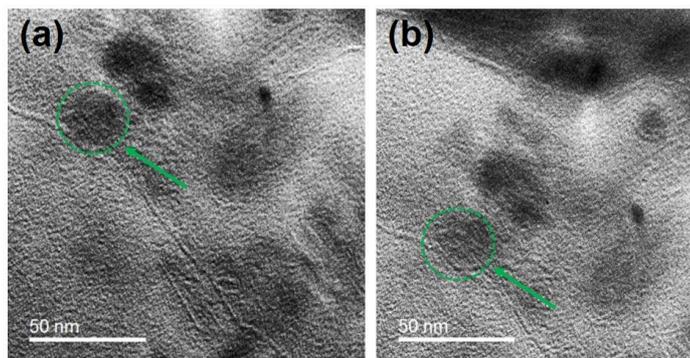


図 3 . 金ナノ粒子の TEM 像。(a)白色光照射前、(b)白色光照射中のものを示す。

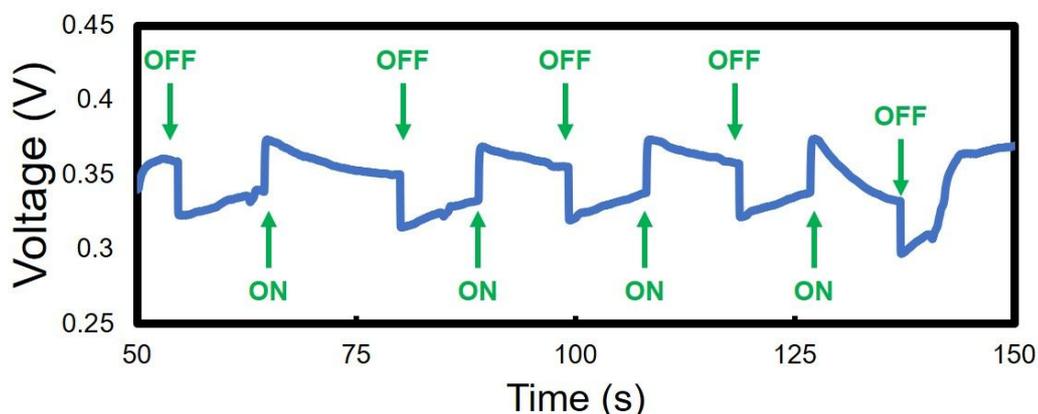


図 4 . BaTiO<sub>3</sub> 単結晶における光起電力測定の一例。

また、本研究で必要とされる解析要素技術の 1 つに原子分解能 STEM 像から格子定数を正確に算出する技術があった。本計画では、画像の歪みを補正する「2 段階アフィン変換法」の確立に成功した。図 5 に補正スキームの模式図を示すが、実験的に取得した「生」の STEM 像は画像取得中に起こる試料ドリフト由来の歪みと電子顕微鏡装置起因の歪みで像が歪んでいる。我々はドリフトベクトルを定量化・補正し、標準試料で装置由来の歪みを定量化し、双方を補正することに成功した。この手法を用いると格子定数が 7 2 単位格子の平均値において約 0.11% の確度で求められる[1]。

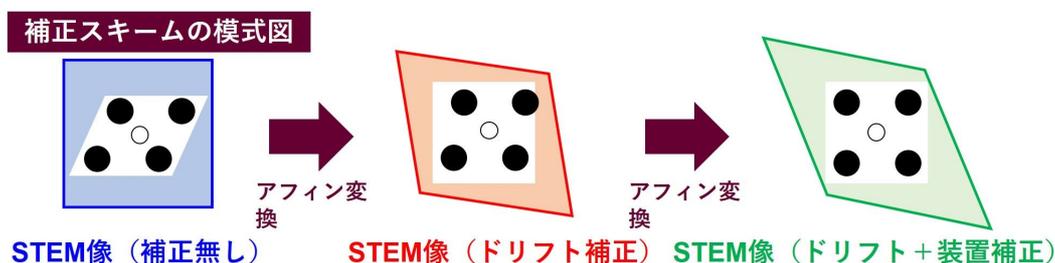


図 5 . 二段階アフィン変換法の模式図

この技術を確認する過程において、電子顕微鏡装置由来の像歪みは STEM 像を取得する際のスキャン回転角度に依存していることが見いだされた[2]。

結果を図 6 に示すが、本来、像におけるスキャン領域が縦横比 = 1 : 1 の正方形形状として測定を行った場合においても、装置由来の歪みによって縦方向と横方向の倍率は数%程度異なっており、スキャン領域の形状も 1° 弱のせん断歪みで平行四辺形状になっている。加えて、これらの像歪みはスキャン回転角度 ( $A$ ) に依存している。すなわち、原子分解能 STEM 像からの正確な格子定数測定には実験条件と装置由来歪みの正確かつ定量的な理解が必要であることが明らかとなった。本成果を発表した論文は Journal of Materials Science 誌 2020 年度 The Cahn Prize の July Finalist に選出された。

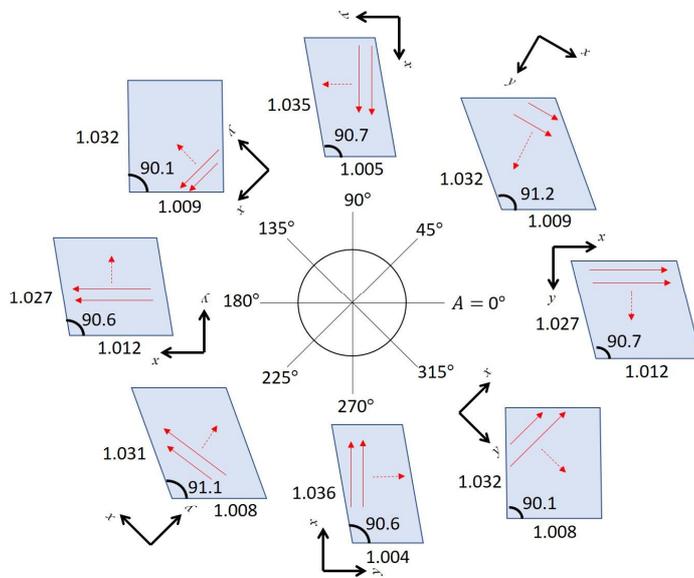


図 6 . STEM 像におけるスキャン回転角度と装置由来像歪みの関係[2]

本成果を発表した論文は Journal of Materials Science 誌 2020 年度 The Cahn Prize の July Finalist に選出された。

上述の技術を融合することで、代表的な誘電体ペロブスカイト型化合物である BaTiO<sub>3</sub> において、電場誘起ひずみを原子分解能 STEM 観察から直接測定することに成功した[1]。

結果を図 7 (a) に示すが、0 ~ 13.8 kV/cm の各電場条件下で原子配列を明瞭に観察することができた。また、図 7 (b) の結果から格子定数 ( $c$ ) を算出したところ、0 kV/cm の値と比べて、約 13.8 kV/cm の電場下では 7 pm 程度の格子定数の増大が認められた。本成果を発表した論文は Phys. Status Solidi, RRL 誌 2020 年 1 月号の Front Cover に選出された。

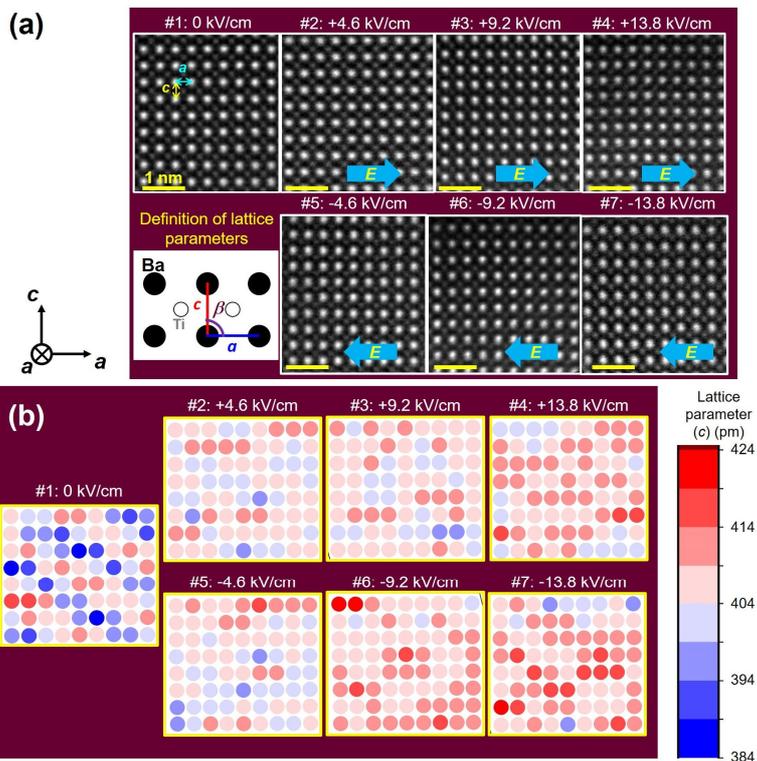


図 7 . 電場誘起歪みの原子分解能直接観察[1]

また、リラクサー型強誘電体と呼ばれる PMN

や PMN-PT に今回の技術を用いることで、代表的なリラクサー型強誘電体の PMN において、新しいタイプのナノ構造である「ラメラ状ナノ構造」が存在していることが発見された[3]。

図 8 (a) および (b) に見られるように PMN の暗視野 TEM 像において、わずかではあるが縦方向に縞状のコントラストがあり、これがラメラ状ナノ構造の存在を示している。図 7 (a) は電場印加直前の TEM 像、(b) 約 20 kV/cm の電場中の像であるが両者に大きな差異はなく、ラメラ状ナノ

構造は電場に応答する種類の構造ではないことが明らかとなった。これは PMN の原子分解能 STEM 像から算出された Pb イオンの変位マップ(図 8 (c)および(d))とも整合する結果であり、極性構造はラメラ状ではなく、等方的な形状を示している。

これは同様の手法で解析した PMN-PT においてはラメラ状ナノドメインが電場に対して明瞭な応答を示すこと(図 9 (a)および(b)) ならびに原子分解能 STEM から確認された極性構造がラメラ状ナノドメインと整合していること(図 9 (c)および(d)) ともよく整合する。

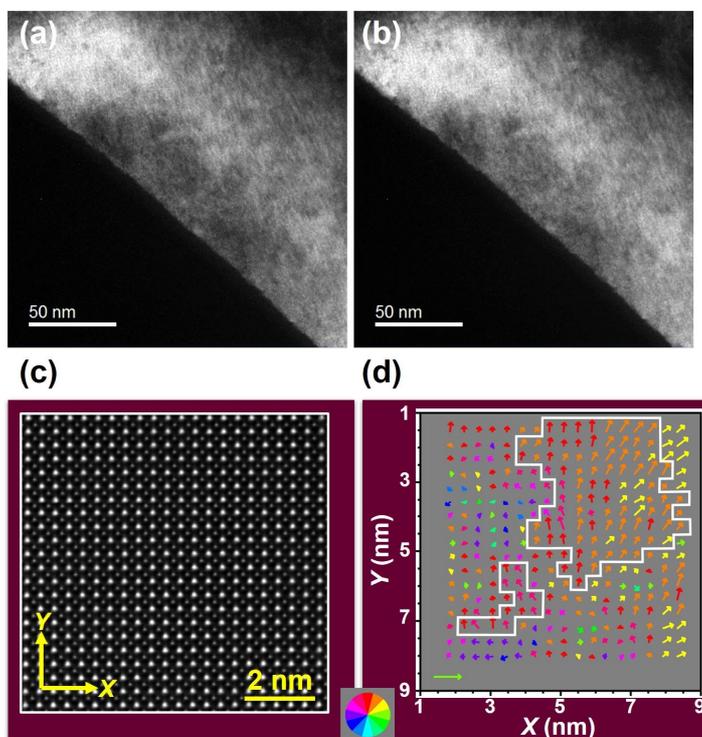


図 8 . PMN の暗視野 TEM 像[3]。(a)電場印加前、(b)電場印加中のものを示す。(c) PMN の原子分解能 STEM 像および像から得た Pb イオン変位マップ。矢印の方向と長さが変位の大きさを、白の多角形は極性領域をそれぞれ示す。

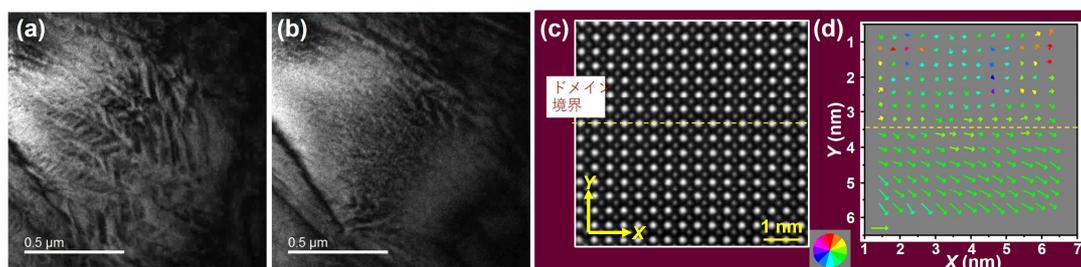


図 9 . PMN-PT の暗視野 TEM 像[3]。(a)電場印加前、(b)電場印加中のものを示す。(c) PMN-PT の原子分解能 STEM 像および像から得た Pb イオン変位マップ。矢印の方向と長さが変位の大きさを、点線はドメイン境界をそれぞれ示す。

< 引用文献 >

- [1] Sato *et al.*, Phys. Status Solidi, RRL, 14, 1900488 (2020).
- [2] Fujinaka *et al.*, J. Mater. Sci., 55, 8123 (2020).
- [3] Sato *et al.*, J. Mater. Sci., 56, 1621 (2021).

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計17件（うち査読付論文 16件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 Fujinaka Syota, Sato Yukio, Teranishi Ryo, Kaneko Kenji	4. 巻 55
2. 論文標題 Understanding of scanning-system distortions of atomic-scale scanning transmission electron microscopy images for accurate lattice parameter measurements	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Journal of Materials Science	6. 最初と最後の頁 8123 ~ 8133
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1007/s10853-020-04602-w	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -
1. 著者名 Sato Yukio, Fujinaka Syota, Yamaguchi Syo, Teranishi Ryo, Kaneko Kenji, Shimizu Takao, Taniguchi Hiroki, Moriwake Hiroki	4. 巻 56
2. 論文標題 Lamellar-like nanostructure in a relaxor ferroelectrics Pb(Mg1/3Nb2/3)O3	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Journal of Materials Science	6. 最初と最後の頁 1231 ~ 1241
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1007/s10853-020-05417-5	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Fukao Kaita, Sato Yukio, Teranishi Ryo, Kaneko Kenji	4. 巻 90
2. 論文標題 Scanning Transmission Electron Microscopy Simulation for Multi-Domain Barium Titanate	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Journal of the Physical Society of Japan	6. 最初と最後の頁 034803 ~ 034803
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.7566/JPSJ.90.034803	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Kuroiwa Yoshihiro, Kim Sangwook, Fujii Ichiro, Ueno Shintaro, Nakahira Yuki, Moriyoshi Chikako, Sato Yukio, Wada Satoshi	4. 巻 1
2. 論文標題 Piezoelectricity in perovskite-type pseudo-cubic ferroelectrics by partial ordering of off-centered cations	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Communications Materials	6. 最初と最後の頁 71-1-8
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1038/s43246-020-00072-4	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Moriwake Hiroki, Yokoi Rie, Taguchi Ayako, Ogawa Takafumi, Fisher Craig A. J., Kuwabara Akihide, Sato Yukio, Shimizu Takao, Hamasaki Yosuke, Takashima Hiroshi, Itoh Mitsuru	4. 巻 8
2. 論文標題 A computational search for wurtzite-structured ferroelectrics with low coercive voltages	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 APL Materials	6. 最初と最後の頁 121102 ~ 121102
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1063/5.0023626	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Ogo Seiji, Ando Tatsuya, Minh Le Tu Thi, Mori Yuki, Matsumoto Takahiro, Yatabe Takeshi, Yoon Ki-Seok, Sato Yukio, Hibino Takashi, Kaneko Kenji	4. 巻 56
2. 論文標題 A NiRhS fuel cell catalyst - lessons from hydrogenase	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Chemical Communications	6. 最初と最後の頁 11787 ~ 11790
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1039/D0CC04789A	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Yukio Sato, Ryuki Miyauchi, Mai Aoki, Syota Fujinaka, Ryo Teranishi, Kenji Kaneko	4. 巻 14
2. 論文標題 Large Electric-Field-Induced Strain Close to the Surface in Barium Titanate Studied by Atomic-Scale In Situ Electron Microscopy	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Physica Status Solidi, Rapid Research Letters	6. 最初と最後の頁 1900488
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1002/pssr.201900488	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Sato Yukio, Aoki Mai, Teranishi Ryo, Kaneko Kenji, Takesada Masaki, Moriwake Hiroki, Takashima Hiroshi, Hakuta Yukiya	4. 巻 2
2. 論文標題 Atomic-Scale Observation of Titanium-Ion Shifts in Barium Titanate Nanoparticles: Implications for Ferroelectric Applications	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 ACS Applied Nano Materials	6. 最初と最後の頁 5761 ~ 5768
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1021/acsnm.9b01221	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Miyajima Tomohiro, Teranishi Ryo, Yasuyama Syotaro, Sato Yukio, Kaneko Kenji, Maeda Takuya, Ochi Minoru, Hiramatsu Kazuya, Nakamura Miyuki, Petrykin Valery, Lee Sergey, Okada Tatsunori, Awaji Satoshi	4. 巻 58
2. 論文標題 Microstructures of superconducting joint between GdBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>y</sub> -coated conductors via additionally deposited precursor films	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Japanese Journal of Applied Physics	6. 最初と最後の頁 050913 ~ 050913
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.7567/1347-4065/ab0f23	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Miyajima Tomohiro, Teranishi Ryo, Yasuyama Syotaro, Sato Yukio, Kaneko Kenji, Petrykin Valery, Lee Sergey, Okada Tatsunori, Awaji Satoshi, Matsumoto Akiyoshi	4. 巻 58
2. 論文標題 Influence of joint pressure on superconducting and mechanical properties for jointed GdBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>y</sub> coated conductors via precursor films	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Japanese Journal of Applied Physics	6. 最初と最後の頁 050907 ~ 050907
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.7567/1347-4065/ab0727	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Ochi Minoru, Sato Kousei, Teranishi Ryo, Sato Yukio, Hamada Jun-ichi, Takushima Chikako, Hara Toru, Kaneko Kenji	4. 巻 105
2. 論文標題 Nanostructural Analyses of Intra- and Intergranular Precipitates in High-temperature Heat-treated Nitrogen-added Austenitic Stainless Steel	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Tetsu-to-Hagane	6. 最初と最後の頁 418 ~ 425
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2355/tetsutohagane.TETSU-2018-067	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Teranishi Ryo, Konya Kazuki, Inoue Masayoshi, Sato Yukio, Kaneko Kenji, Izumi Teruo, Awaji Satoshi	4. 巻 28
2. 論文標題 Study of Growth Process for YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>y</sub> Coated Conductors With BaZrO <sub>3</sub> Flux Pinning Centers by Monitoring Electrical Conductivity	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 IEEE Transactions on Applied Superconductivity	6. 最初と最後の頁 1 ~ 5
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1109/TASC.2018.2818752	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Ochi Minoru, Sato Kousei, Teranishi Ryo, Sato Yukio, Hamada Jun-ichi, Takushima Chikako, Hara Toru, Kaneko Kenji	4. 巻 58
2. 論文標題 Nanostructural Analyses of Intra- and Intergranular Precipitates in High-temperature Heat-treated Nitrogen-added Austenitic Stainless Steel	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 ISIJ International	6. 最初と最後の頁 1459 ~ 1466
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2017-756	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Maeda Takuya, Kaneko Kenji, Namba Takuya, Koshino Yuki, Sato Yukio, Teranishi Ryo, Aruga Yasuhiro	4. 巻 8
2. 論文標題 Structural and compositional study of precipitates in under-aged Cu-added Al-Mg-Si alloy	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Scientific Reports	6. 最初と最後の頁 1 ~ 7
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1038/s41598-018-35134-8	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Ochi M., Sato K., Teranishi R., Sato Y., Kaneko K., Hamada J., Takushima C., Hara T.	4. 巻 57
2. 論文標題 Three-dimensional Characterization of Precipitates at Grain Boundaries of N-added Austenitic Steel	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Materia Japan	6. 最初と最後の頁 618 ~ 618
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/materia.57.618	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Aoki Mai, Sato Yukio, Teranishi Ryo, Kaneko Kenji	4. 巻 48
2. 論文標題 Measurement of Barium Ion Displacement Near Surface in a Barium Titanate Nanoparticle by Scanning Transmission Electron Microscopy	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Applied Microscopy	6. 最初と最後の頁 27 ~ 32
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.9729/AM.2018.48.1.27	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 赤瀬 善太郎, 木口 賢紀, 佐藤 幸生, 田中 智仁, 田辺 栄司, 寺本 武司, 仲村 龍介, 本間 智之, 横山 賢一	4. 巻 57
2. 論文標題 企画にあたって	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Materia Japan	6. 最初と最後の頁 583 ~ 583
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/materia.57.583	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計58件 (うち招待講演 7件 / うち国際学会 18件)

1. 発表者名 藤元このみ, 佐藤幸生, 寺西亮, 金子賢治
2. 発表標題 水熱合成法により作製したHf0.5Zr0.5O2ナノ粒子における結晶相の合成温度依存性
3. 学会等名 日本物理学会2020年秋季大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 宮内隆輝, 佐藤幸生, 寺西亮, 金子賢治, Kim Sangwook, 藤井一郎, 上野慎太郎, 中平夕貴, 森吉千佳子, 黒岩芳弘, 和田智志
2. 発表標題 0.8BiFeO3 - 0.2BaTiO3のナノおよび原子スケール構造解析
3. 学会等名 日本物理学会2020年秋季大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 藤元このみ, 佐藤幸生, 寺西亮, 金子賢治
2. 発表標題 Hf0.5Zr0.5O2ナノ粒子における準安定相の形成
3. 学会等名 第126回日本物理学会九州支部例会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 深尾海太、佐藤幸生、寺西亮、金子賢治
2. 発表標題 正方晶系マルチドメインを有するチタン酸バリウムにおける走査透過型電子顕微鏡像シミュレーション
3. 学会等名 第126回日本物理学会九州支部例会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 宮内 隆輝、佐藤 幸生、寺西 亮、金子 賢治、Sangwook Kim、藤井 一郎、上野 慎太郎、中平 夕貴、森吉 千佳子、黒岩 芳弘、和田 智志
2. 発表標題 0.8BiFeO <sub>3</sub> - 0.2BaTiO <sub>3</sub> の原子分解能電子顕微鏡解析
3. 学会等名 MRM Forum 2020
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 藤元このみ、佐藤幸生、寺西亮、金子賢治
2. 発表標題 Hf <sub>0.5</sub> Zr <sub>0.5</sub> O <sub>2</sub> ナノ粒子の合成および構造解析
3. 学会等名 MRM Forum 2020
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 深尾海太、佐藤幸生、寺西亮、金子賢治
2. 発表標題 マルチドメイン構造を有するチタン酸バリウムの走査透過型電子顕微鏡像シミュレーション
3. 学会等名 MRM Forum 2020
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 宮内 隆輝、佐藤 幸生、寺西 亮、金子 賢治、Sangwook Kim、藤井 一郎、上野 慎太郎、中平 夕貴、森吉 千佳子、黒岩 芳弘、和田 智志
2. 発表標題 (1-x)BiFeO <sub>3</sub> - BaTiO <sub>3</sub> (x = 0.2, 0.3, 0.4)におけるBiイオン変位とナノ構造の関係
3. 学会等名 強的秩序とその操作に関わる研究グループ第12回講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 佐藤幸生
2. 発表標題 電子セラミックスにおける機能の微視的起源 原子スケールからの新素材開発に向けて
3. 学会等名 日本金属学会2021年春季講演大会（招待講演）
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 佐藤幸生、宮内隆輝、青木 舞、寺西 亮、金子賢治
2. 発表標題 電圧印加その場電子顕微鏡法による歪みの測定
3. 学会等名 第36回強誘電体応用会議
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 佐藤幸生、宮内隆輝、青木 舞、寺西 亮、金子賢治
2. 発表標題 電場印加その場電子顕微鏡法による誘電体研究
3. 学会等名 2019年度 合同学術講演会(日本金属学会 日本鉄鋼協会 軽金属学会 九州支部 共催)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 山口 翔、佐藤幸生、寺西 亮、金子賢治、清水荘雄、谷口博基
2. 発表標題 Pb(Mg <sub>1/3</sub> Nb <sub>2/3</sub> )O <sub>3</sub> における極性ナノ構造の電場に対する応答
3. 学会等名 2019年度 合同学術講演会(日本金属学会 日本鉄鋼協会 軽金属学会 九州支部 共催)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 藤中翔太、佐藤幸生、寺西 亮、金子賢治
2. 発表標題 Pb(Mg <sub>1/3</sub> Nb <sub>2/3</sub> )O <sub>3</sub> -PbTiO <sub>3</sub> 単結晶における分極回転機構の原子スケール観察
3. 学会等名 2019年度 合同学術講演会(日本金属学会 日本鉄鋼協会 軽金属学会 九州支部 共催)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 藤元このみ、佐藤幸生、寺西 亮、金子賢治
2. 発表標題 水熱合成法による Hf <sub>1-x</sub> Zr <sub>x</sub> O <sub>2</sub> ナノ粒子の合成
3. 学会等名 2019年度 合同学術講演会(日本金属学会 日本鉄鋼協会 軽金属学会 九州支部 共催)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 宮内隆輝、佐藤幸生、寺西 亮、金子賢治
2. 発表標題 電場印加その場電子顕微鏡法によるイオン分極直接観察の検討
3. 学会等名 2019年度 合同学術講演会(日本金属学会 日本鉄鋼協会 軽金属学会 九州支部 共催)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Yukio Sato
2. 発表標題 Atomic-scale In-situ Electron Microscopy Observation of Dielectric Materials Under Electric Fields
3. 学会等名 International Symposium on Microscopy and Microanalysis of Materials (ISMMM2019) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Yukio Sato
2. 発表標題 Structural investigation of dielectrics under an electric field by atomic-scale in-situ electron microscopy
3. 学会等名 7th international Symposium on Integrated Functionalities (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 佐藤幸生, 宮内隆輝, 寺西亮, 金子賢治
2. 発表標題 電子顕微鏡その場観察によるBaTiO <sub>3</sub> における異常な電界誘起格子歪みの観察
3. 学会等名 日本物理学会2019年秋季大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 藤元このみ, 佐藤幸生, 寺西亮, 金子賢治
2. 発表標題 水熱合成法によるZr固溶HfO <sub>2</sub> ナノ粒子の作製
3. 学会等名 日本物理学会2019年秋季大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 宮内隆輝, 佐藤幸生, 寺西亮, 金子賢治
2. 発表標題 その場電子顕微鏡法によるイオン分極の直接観察に向けた検討
3. 学会等名 日本物理学会2019年秋季大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 佐藤幸生
2. 発表標題 高分解能電場印加その場電子顕微鏡法による誘電体研究
3. 学会等名 日本顕微鏡学会第1回その場観察研究部会（招待講演）
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 宮内隆輝, 佐藤幸生, 藤中翔太, 寺西亮, 金子賢治
2. 発表標題 電場印加その場STEM法によるイオン分極の直接観察に向けた検討
3. 学会等名 第125回日本物理学会九州支部例会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 藤元このみ, 佐藤幸生, 寺西亮, 金子賢治
2. 発表標題 水熱合成法によるZr固溶HfO <sub>2</sub> ナノ粒子の作製
3. 学会等名 第125回日本物理学会九州支部例会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 藤中 翔太, 佐藤 幸生, 寺西 亮, 金子 賢治
2. 発表標題 原子分解能STEMを用いたPb(Mg <sub>1</sub> /3Nb <sub>2</sub> /3)O <sub>3</sub> -xPbTiO <sub>3</sub> 単結晶における分極回転およびドメイン反転の観察
3. 学会等名 東北大学金属材料研究所 共同利用・共同研究ワークショップ
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 佐藤幸生
2. 発表標題 電子顕微鏡で観察する誘電体の応答
3. 学会等名 東北大学金属材料研究所 共同利用・共同研究ワークショップ (招待講演)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 佐藤 幸生、藤中 翔太、寺西 亮、金子 賢治
2. 発表標題 2段階アフィン変換法による走査透過型電子顕微鏡像の歪み補正
3. 学会等名 第10回強制的秩序とその操作に関する研究会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Yukio Sato
2. 発表標題 Structural investigation of dielectrics and ferroelectrics using atomic-scale in-situ electron microscopy under external electric fields
3. 学会等名 12th Asia-Pacific Microscopy Conference (APMC2020) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 青木舞・佐藤幸生・寺西亮・金子賢治、武貞正樹、森分博紀、高島浩・伯田幸也
2. 発表標題 チタン酸バリウムナノ粒子の深さ分解原子分解能STEM観察
3. 学会等名 日本セラミックス協会2020年年会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 佐藤 幸生
2. 発表標題 機能性セラミックスの電子顕微鏡解析例 - 低倍率，電子回折から高分解能まで -
3. 学会等名 第74回日本顕微鏡学会全国学術集会（招待講演）
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 山口 翔，佐藤 幸生，清水 莊雄，谷口 博基，寺西 亮，金子 賢治
2. 発表標題 マグネシウムニオブ酸鉛セラミックス中のPNRの電子回折およびTEM像への影響
3. 学会等名 日本顕微鏡学会第74回学術講演会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 藤中 翔太，佐藤幸生，寺西亮，金子賢治
2. 発表標題 CaCu <sub>3</sub> Ti <sub>4</sub> O <sub>12</sub> セラミックス中の粒内および粒界におけるEELSによる解析
3. 学会等名 日本顕微鏡学会第74回学術講演会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 安山 正太郎、宮島 友博、寺西 亮、佐藤 幸生、金子 賢治、V. Petrykin、S. Lee、淡路 智、岡田 達典、松本 明善
2. 発表標題 GdBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7</sub> - 超伝導薄膜の接続体作製時の表面加工による効果
3. 学会等名 日本金属学会・日本鉄鋼協会・軽金属学会・九州支部平成30年度合同学術講演会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 山田 真、寺西 亮、佐藤 幸生、金子 賢治
2. 発表標題 BaHfO <sub>3</sub> を導入したYBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7</sub> - 薄膜作製時におけるBa 塩添加の影響
3. 学会等名 日本金属学会・日本鉄鋼協会・軽金属学会・九州支部平成30年度合同学術講演会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Yukio Sato
2. 発表標題 A comprehensive electron microscopic study of ferroelectric domain at nano and atomic scale without and under electric field
3. 学会等名 International Conference on Microscopy & Annual Meeting of Electron Microscope Society of India (EMSI) 2018 (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Yukio Sato, Takashi Gondo, Hiroya Miyazaki, Ryo Teranishi, Kenji Kaneko
2. 発表標題 An attempt of high precision electron microscopy observation of a dielectric crystal under external electric field
3. 学会等名 12th Japan-Korea Conference on Ferroelectrics (JKC-FE12) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 佐藤 幸生・藤中 翔太・寺西 亮・金子 賢治
2. 発表標題 Pb(Mg <sub>1/3</sub> Nb <sub>2/3</sub> )O <sub>3</sub> -PbTiO <sub>3</sub> 単結晶の電場印加中高分解能電子顕微鏡観察
3. 学会等名 日本セラミックス協会 第 31 回秋季シンポジウム
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 藤中 翔太・佐藤 幸生・寺西 亮・金子 賢治
2. 発表標題 CaCu <sub>3</sub> Ti <sub>4</sub> O <sub>12</sub> セラミックスにおける EELS解析
3. 学会等名 日本セラミックス協会 第 31 回秋季シンポジウム
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 山口 翔・佐藤 幸生・清水 荘雄・谷口 博基・寺西 亮・金子 賢治
2. 発表標題 Pb(Mg <sub>1/3</sub> Nb <sub>2/3</sub> )O <sub>3</sub> 中 PNRの電子回折および TEM像による観察条件の検討
3. 学会等名 日本セラミックス協会 第 31 回秋季シンポジウム
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 佐藤幸生、藤中翔太、寺西亮、金子賢治
2. 発表標題 CaCu <sub>3</sub> Ti <sub>4</sub> O <sub>12</sub> セラミックスの微視的電子状態解析
3. 学会等名 日本物理学会2018年秋季大会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Hiroya Yasui, Kouichi Shida, Shinji Takahashi, Toshiaki Okabe, Hiroyuki Takeda, Ryo Teranishi, Yukio Sato, Kenji Kaneko
2. 発表標題 Multi-dimensional analysis of MX precipitates in weld metal for heat resistant steel before and after the creep test
3. 学会等名 International Symposium on Materials and Microanalysis of Materials 2018 (ISMMM2018) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Kousei Sato, Jun-ichi Hamada, Chikako Takushima, Ryo Teranishi, Yukio Sato, Kenji Kaneko
2. 発表標題 Attempt visualization of grain boundaries by FIB method
3. 学会等名 International Symposium on Materials and Microanalysis of Materials 2018 (ISMMM2018) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Tomonori Koyama, Naohide Kamiya, Ryo Teranishi, Yukio Sato, Ryohei Ishikura, Kenji Kaneko
2. 発表標題 Microstructure analysis of fine precipitates in low carbon steel
3. 学会等名 International Symposium on Materials and Microanalysis of Materials 2018 (ISMMM2018) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 A. Jeong, Y. Sato, R. Teranishi and K. Kaneko
2. 発表標題 Hydrothermal Synthesis and Morphological Characterization of MnO <sub>2</sub> Nanostructures by Electron Microscopy
3. 学会等名 International Symposium on Materials and Microanalysis of Materials 2018 (ISMMM2018) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1 . 発表者名 T. Maeda, T. Namba, Y. Koshino, Y. Aruga, Y. Sato, R.Teranishi, and K. Kaneko
2 . 発表標題 Atomically-resolved STEM-EDS study of fine precipitate in an Al-Mg-Si-Cu alloy
3 . 学会等名 International Symposium on Materials and Microanalysis of Materials 2018 (ISMMM2018) (国際学会)
4 . 発表年 2018年

1 . 発表者名 K. Matsuzaki, R. Teranishi, S. Munetoh, Y. Osakabe, Y. Sato, and K. Kaneko
2 . 発表標題 Microstructure observation of clathrate Ba <sub>8</sub> Au <sub>4</sub> Si <sub>46</sub> thin film prepared by a pulsed laser deposition method
3 . 学会等名 International Symposium on Materials and Microanalysis of Materials 2018 (ISMMM2018) (国際学会)
4 . 発表年 2018年

1 . 発表者名 S. Yamada, R. Teranishi, Y. Sato, and K. Kaneko
2 . 発表標題 Effect of extra Ba adding on microstructure of YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-x</sub> with BaHfO <sub>3</sub>
3 . 学会等名 International Symposium on Materials and Microanalysis of Materials 2018 (ISMMM2018) (国際学会)
4 . 発表年 2018年

1 . 発表者名 S. Fujinaka, Y. Sato, R. Teranishi and K. Kaneko
2 . 発表標題 Observation of Pb(Mg <sub>1/3</sub> Nb <sub>2/3</sub> )O <sub>3-x</sub> PbTiO <sub>3</sub> by high-resolution in-situ electrical biasing electron microscopy
3 . 学会等名 International Symposium on Materials and Microanalysis of Materials 2018 (ISMMM2018) (国際学会)
4 . 発表年 2018年

1 . 発表者名 T. Miyajima, R. Teranishi, Y. Sato, K. Kaneko, M. Nakamura, V. Petrykin, S. Lee, S. Awaji, T. Okada, A. Matsumoto
2 . 発表標題 Investigation of mechanism for superconducting joint of GdBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>y</sub> coated conductors
3 . 学会等名 International Symposium on Materials and Microanalysis of Materials 2018 (ISMMM2018) (国際学会)
4 . 発表年 2018年

1 . 発表者名 S. Yasuyama, T. Miyajima, R. Teranishi, Y. Sato, K. Kaneko, V. Petrykin, S. Lee, A. Matsumoto, S. Awaji, T. Okada
2 . 発表標題 Increase of jointed area for GdBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-y</sub> coated conductors by introducing gas path
3 . 学会等名 International Symposium on Materials and Microanalysis of Materials 2018 (ISMMM2018) (国際学会)
4 . 発表年 2018年

1 . 発表者名 S. Yamaguchi, Y. Sato, R. Teranishi, and K. Kaneko
2 . 発表標題 Real space dynamics of polar nano region under external electrical field in Pb(Mg <sub>1/3</sub> Nb <sub>2/3</sub> )O <sub>3</sub> as revealed by in-situ transmission electron microscopy
3 . 学会等名 International Symposium on Materials and Microanalysis of Materials 2018 (ISMMM2018) (国際学会)
4 . 発表年 2018年

1 . 発表者名 R. Teranishi, T. Miyajima, S. Yasuyama, Y. Sato, K. Kaneko, V. Petrykin, S. Lee, S. Awaji, and A. Matsumoto
2 . 発表標題 Fabrication of superconducting joint for GdBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>y</sub> coated conductors
3 . 学会等名 International Symposium on Materials and Microanalysis of Materials 2018 (ISMMM2018) (国際学会)
4 . 発表年 2018年

1. 発表者名 T. Namba, T. Maeda, Y. Koshino, Y. Aruga, Y. Sato, R. Teranishi, and K. Kaneko
2. 発表標題 Nanoscale characterization of dislocations in an Al-Mg-Si-Cu alloy isothermal aged at low temperature
3. 学会等名 International Symposium on Materials and Microanalysis of Materials 2018 (ISMMM2018) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Ahrong Jeong, Yukio Sato, Ryo Teranishi, Kenji Kaneko
2. 発表標題 Fabrication and Morphological Characterization of MnO <sub>2</sub> Nanostructures by Hydrothermal Synthesis
3. 学会等名 第 60 回 日本顕微鏡学会 九州支部集会・学術講演会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 佐藤 幸生、藤中翔太、宮内隆輝、寺西亮、金子賢治
2. 発表標題 電圧印加その場透過型電子顕微鏡法によるチタン酸バリウム結晶の歪み測定
3. 学会等名 第28回 日本MRS年次大会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 山口 翔、佐藤幸生、寺西亮、金子賢治、清水荘雄、谷口博基
2. 発表標題 マグネシウムニオブ酸鉛におけるポーラーナノリージョンの電場下実空間ダイナミクス
3. 学会等名 第28回 日本MRS年次大会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 藤中 翔太、佐藤幸生、寺西亮、金子賢治
2. 発表標題 Pb(Mg <sub>1/3</sub> Nb <sub>2/3</sub> )O <sub>3</sub> -xPbTiO <sub>3</sub> の電場印加中原子分解能電子顕微鏡観察
3. 学会等名 第28回 日本MRS年次大会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 佐藤幸生、宮内隆輝、藤中翔太、青木舞、寺西亮、金子賢治
2. 発表標題 局所的な負圧相BaTiO <sub>3</sub> 生成の可能性について
3. 学会等名 強制的秩序とその操作に関わる研究グループ第8回研究会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 佐藤幸生、宮内隆輝、藤中翔太、青木舞、寺西亮、金子賢治
2. 発表標題 BaTiO <sub>3</sub> 薄膜における局所的な負圧相生成の可能性について
3. 学会等名 日本セラミックス協会2019年年会
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

<p>佐藤幸生、九州大学  <a href="http://zaiko13.zaiko.kyushu-u.ac.jp/?E3%83%9B%E3%83%BC%E3%83%A0%EF%BC%88%E6%97%A5%E6%9C%AC%E8%AA%9E%EF%BC%89/%E3%83%A1%E3%83%B3%E3%83%90%E3%83%BC/%E4%BD%90%E8%97%A4%E5%B9%B8%E7%94%9F">http://zaiko13.zaiko.kyushu-u.ac.jp/?E3%83%9B%E3%83%BC%E3%83%A0%EF%BC%88%E6%97%A5%E6%9C%AC%E8%AA%9E%EF%BC%89/%E3%83%A1%E3%83%B3%E3%83%90%E3%83%BC/%E4%BD%90%E8%97%A4%E5%B9%B8%E7%94%9F</a>  電子顕微鏡による7 pmの電場誘起歪みの直接観察に成功 ~新手法で測定精度が格段に向上~  <a href="https://www.kyushu-u.ac.jp/ja/researches/view/399">https://www.kyushu-u.ac.jp/ja/researches/view/399</a>  直径約23 nmのセラミックナノ粒子における原子位置の「ずれ」可視化に成功  <a href="https://www.kyushu-u.ac.jp/ja/researches/view/373">https://www.kyushu-u.ac.jp/ja/researches/view/373</a>  【プレスリリース】直径約23 nmのセラミックナノ粒子における原子位置の「ずれ」可視化に成功  <a href="https://research-er.jp/articles/view/81965">https://research-er.jp/articles/view/81965</a>  Cover Picture, Physica Status Solidi, RRL  <a href="https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/pssr.202070010">https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/pssr.202070010</a>  九州大学大学院工学研究研究院 材料工学部門 ナノ材料組織解析学・金子研究室  <a href="http://zaiko13.zaiko.kyushu-u.ac.jp/?E3%83%9B%E3%83%BC%E3%83%A0%EF%BC%88%E6%97%A5%E6%9C%AC%E8%AA%9E%EF%BC%89">http://zaiko13.zaiko.kyushu-u.ac.jp/?E3%83%9B%E3%83%BC%E3%83%A0%EF%BC%88%E6%97%A5%E6%9C%AC%E8%AA%9E%EF%BC%89</a></p>
---

## 6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	森分 博紀  (Moriwake Hiroki)  (40450853)	一般財団法人ファインセラミックスセンター・その他部局等・主席研究員    (83906)	

## 7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計1件

国際研究集会	開催年
International Symposium on Mircroscopy and Microanalysis of Materials (ISMMM2018)	2018年～2018年

## 8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関