

令和 3 年 6 月 18 日現在

機関番号：11301

研究種目：基盤研究(A) (一般)

研究期間：2018～2020

課題番号：18H03674

研究課題名(和文) ナノ電子プローブを用いた革新的3次元局所結晶構造解析法の開発とリラクサーへの応用

研究課題名(英文) Development of a 3d local crystal structure analysis method using electron nano-probe and its application to relaxors

研究代表者

津田 健治 (Tsuda, Kenji)

東北大学・学際科学フロンティア研究所・教授

研究者番号：00241274

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 34,500,000円

研究成果の概要(和文)：電子ナノプローブによる3次元局所構造解析法を開発するため、エネルギーフィルター収束電子回折データを、高速でマッピングできる新たなSTEM-CBEDシステムを構築した。また、機械学習を利用して動力学回折強度計算を高速化し、試料深さ方向構造分布を取り入れるscattering matrix法を解析プログラムに導入して深さ方向構造情報取得を可能とした。開発した手法を用いて、CaTiO₃の強誘電双晶境界の構造解析、NiTiO₃の強軸性結晶ドメインの可視化、量子常誘電体KTaO₃の静電ポテンシャル・電子密度分布解析、BaTiO₃のリラクサー的ナノドメインの電場応答の解析等を行った。

研究成果の学術的意義や社会的意義

結晶構造は材料開発の基礎となる重要な情報であるが、近年、大きな領域の平均の結晶構造ではなく、局所的な結晶構造とその不均一性が新奇物性の起源となっている例が増加している。このような試料の解析には、ナノメートル(=10億分の1 m)に絞った電子線(ナノ電子プローブ)を使う方法が威力を発揮する。本研究ではナノ電子プローブを用いて局所結晶構造とその3次元分布を定量的に調べる新たな方法を開発し、種々の物質の局所結晶構造解析に適用して、ナノ電子プローブによる局所結晶構造解析法の適用範囲を大きく広げた。

研究成果の概要(英文)：In order to develop a 3-dimensional local structure analysis method using an electron nano-probe, a new system was developed to map energy-filtered convergent-beam electron diffraction (CBED) data with a high speed and a high angular resolution. Deep neural network was successfully applied for accelerating dynamical diffraction intensity calculations of large-angle CBED (LACBED) patterns. For obtaining structural information in depth-direction, the scattering matrix method was implemented in our dynamical diffraction simulation code MBFIT for describing distribution of local structures in the electron beam direction. This newly developed analysis method was applied to local crystal structure analysis of a ferroelectric twin boundary in CaTiO₃, visualization of ferroaxial domains in NiTiO₃, electrostatic potential and electron density analysis of quantum paraelectric phase of KTaO₃, local structure analysis of relaxor-like nano-domains in BaTiO₃ under applying electric field.

研究分野：電子線結晶学

キーワード：局所結晶構造解析 収束電子回折 ナノ電子プローブ 機械学習 リラクサー

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

近年、結晶の平均構造では記述できない局所構造を起源とする新奇物性が数多く報告され注目を集めている。代表例の一つであるリラクサー強誘電体は、ナノメートルスケールの不均一構造を伴うペロブスカイト型の結晶構造を持ち、巨大な誘電・圧電応答、誘電率のブロードな温度依存性と周波数依存性、高温まで残る自発分極などの特徴を有する。産業的にも幅広い応用がある。これらの起源として、不均一な局所構造やナノドメインとの関連が指摘されており、分極回転機構など様々なモデルが提出されているが、統一的に説明できるモデルはいまだ存在しないのが現状である。このため、リラクサーの局所構造と誘電・圧電応答の相関を調べることが不可欠であるが、放射光 X 線・中性子回折などの構造解析手法では、プローブサイズが大きいため、リラクサーのナノスケールの複雑な不均一構造・ナノドメイン構造および局所構造を調べることは困難であり、これらに適用できる新たな手法の開発が急務となっていた。

2. 研究の目的

本研究では、ナノ電子プローブを用いた 3 次元ナノ局所構造解析法を新たに開発して、リラクサーをはじめとする局所構造起源の物性を持つ新規材料に適用して局所結晶構造解析を行い、その物性発現機構の解明に寄与することを目的とする。

3. 研究の方法

われわれがこれまで開発してきた、ナノ電子プローブを用いる収束電子回折 (Convergent-beam electron diffraction: CBED) 法による、試料のナノ領域の精密結晶構造・静電ポテンシャル分布解析法と、走査透過電子顕微鏡 (Scanning Transmission Electron Microscopy: STEM) 法と CBED 法を組み合わせる局所構造の空間分布を 2 次元的に調べる STEM-CBED 法を基盤として、電子回折の多重散乱 (動力学的回折) 効果を活用して試料の深さ方向の情報を得る手法を新たに開発する。また、多重散乱計算に必要な大きな計算量の問題を解決するため機械学習など情報科学的手法を導入する。

このため、現有の精密結晶構造・静電ポテンシャル分布解析用エネルギーフィルター透過型電子顕微鏡 JEM-2010FEF に、高感度・高速・高角度分解能の電子線用 CMOS カメラおよびナノ電子プローブ制御システムを導入して、3 次元の局所構造情報を取得できる 3D STEM-CBED システムを構築する。また、われわれが独自に開発してきた、多重散乱理論に基づく収束電子回折強度計算・解析コード MBFIT に、試料深さ方向の局所構造変化を記述する多重散乱モデル (layer-by-layer モデル) を実装し、合わせて Deep neural network による多重散乱計算の回帰器を作成して大幅な高速化をはかる。

また、透過型電子顕微鏡用の二軸傾斜電場印加試料ホルダーを導入し、強誘電体試料への電場印加その場 STEM-CBED 実験により局所結晶構造とその空間分布を調べる手法を確立する。

4. 研究成果

以下に得られた主な成果について挙げる。

4.1 大角度収束電子回折 (LACBED) 法による静電ポテンシャル・電子密度分布解析の感度および解析精度向上 [Morikawa & Tsuda, *Microsc.* **70**, 178 (2021)]

通常の CBED 法では、動力学回折強度計算との定量的比較により、試料の静電ポテンシャル及び電子密度分布を精密に決定することが可能で、これを用いてスピネル酸化物 FeCr_2O_4 の 3d 電子の軌道秩序状態を反映する静電ポテンシャルの異方性の可視化などが報告されている。しかしながら、CBED 法では隣接回折ディスク同士が重ならない条件のため回折ディスクのサイズが制限され、これが解析精度に影響していた。これに対し、回折ディスクサイズの制限を超えて大きな角度範囲で回折強度分布が取得できる大角度収束電子回折 (Large-angle CBED) 法を用いることで、得られる情報量が格段に増加し、電子密度分布変化への感度および解析精度が大幅に向上することを動力学回折強度シミュレーションを用いて示した。

4.2 Deep neural network による機械学習の LACBED 図形の多重散乱強度計算高速化

上記のように、LACBED 図形は通常の CBED 図形に比べ格段に情報量が多くなる利点があるが、必要な計算量の増加が問題となる。これを解決するため deep neural network による機械学習を適用した。構造パラメーター空間で多数の LACBED 図形のシミュレーションを行い、これを学習させた deep neural network を準備した。この deep neural network で多重散乱計算を置き換えることで、LACBED 図形シミュレーションの大幅な時間短縮を実現し、定量解析が現実的な計算時間で可能となった。このような機械学習の手法は、ナノスケールの構造揺らぎを持つ試料の局所構造解析にも効果を発揮すると期待できる。

4.3 CBED 法による KTaO_3 の静電ポテンシャル・電子密度分布解析 [Aryal *et al.*, *Acta*.

Cryst. A77, 4, 1 (2021)]

室温で立方晶ペロブスカイト型構造をとる KTaO_3 を試料として用いて、CBED 法での静電ポテンシャル分布・電子密度分布解析の精度向上のための実験条件について検討した。その結果、晶帯軸入射では多重散乱パスの効果のため、ブラッグ反射を励起する傾斜条件よりも、低次結晶構造因子に対する感度が向上するが、一方で、パラメーター間の相関が高くなる傾向があり、ブラッグ反射励起条件のほうが高い解析精度が得られることを示した。

KTaO_3 は低温まで強誘電転移を起こさない量子場誘電体として知られている。これに対して、 KNbO_3 は、 KTaO_3 と同様ペロブスカイト型構造をとり、同程度の tolerance factor を持つにもかかわらず低温で菱面体晶強誘電相へと構造相転移を起こす。 KNbO_3 の静電ポテンシャル・電子密度解析を行い、 KTaO_3 との比較を行って相転移の起源について検討している。

4.4 深さ方向の局所構造変化モデルに対する多重散乱(動力学的回折)強度計算の Scattering matrix 法を用いた実装

深さ方向の局所構造変化を取り入れて CBED 図形を計算する機能を、Scattering matrix 法を用いて、われわれがこれまで開発してきた動力学回折強度計算・解析用コード MBFIT に実装し、深さ方向の構造情報を取り出す試みを行った。異なるドメインごとに scattering matrix P を計算することで、深さ方向の構造変化を取り込むことが可能となった。

4.5 STEM-CBED 法による CaTiO_3 における強誘電双晶境界の局所構造解析 [Morikawa & Tsuda, *Appl. Phys. Lett.* 118, 092901 (2021)]

CaTiO_3 はペロブスカイト型構造を持ち、室温で中心対称性を持つ空間群 $Pbnm$ (No. 62) に属する。一方で(110)面双晶境界では中心対称性が破れて双晶境界でのみ強誘電性を持つことが、理論計算、高分解能 TEM 観察、第二高調波発生顕微鏡観察から示唆されている。この双晶境界に STEM-CBED 法を適用して、双晶境界の局所対称性及び局所構造を直接調べた。

双晶境界とその近傍における CBED 図形の変化を図 1 に示す。図 1(a)は明視野 STEM 像、図 1(b)は、図 1(a)の 1 から 9 で示した位置それぞれで得た CBED 図形である。位置 5 が双晶境界に相当する。この位置の CBED 図形を図(c)に示す。バルク結晶領域から得た CBED 図形では、空間群 $Pbnm$ に対応する対称性 $2mm$ が現れているのに対し、双晶境界直上から得た CBED 図形では、異なる方向(境界に沿う方向)の鏡映対称 1 つのみが存在する。

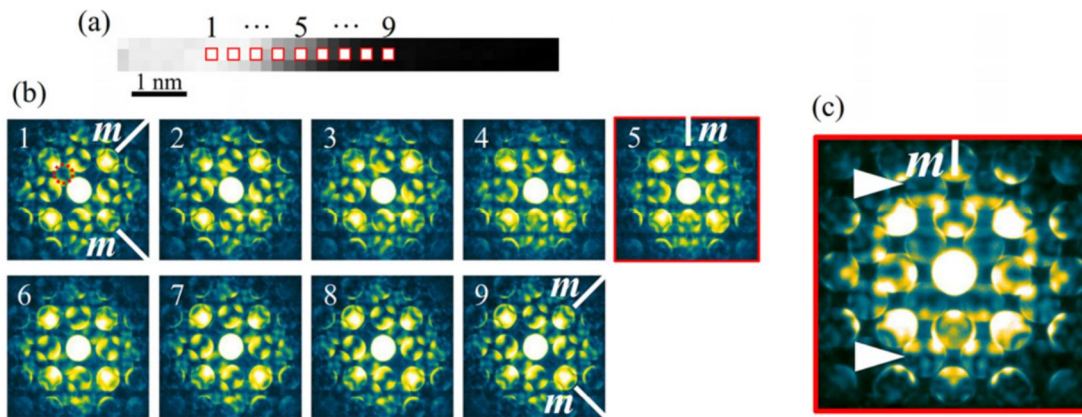


図 1 (a) STEM-CBED データから再構成した CaTiO_3 における強誘電双晶境界の STEM 像、図(b)1 の赤で囲んだ領域の回折強度で再構成した。(b) 図(a)の STEM 像の位置 1 から 9 のそれぞれで得た CBED 図形。(c) 位置 5 の双晶境界直上で得た CBED 図形。[Morikawa & Tsuda, *APL*. 118, 092901 (2021)]

双晶境界の構造モデルを作成し、実験で得た CBED 図形の回折強度の定量解析を試みた。対称性をもとに作成した強誘電双晶境界の構造モデルを図 2(a)に示す。赤で囲んだ部分を単位胞(図 2(b))と仮定して動力学回折強度計算を行い、実験で得た図 1(c)の CBED 図形の回折強度分布を再現するよう構造パラメーターの精密化を行った。得られた構造モデルを図 2(c)に示す。バルクの構造に比べ TiO_6 八面体の回転角が小さくなり、Ti 原子が TiO_6 八面体の中心位置から 6.3 pm シフトしていることなどの特長が見られる。この構造モデルは極性を持つ双晶境界構造となっており、点電荷モデルを用いて $9 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ という電気分極が得られた。

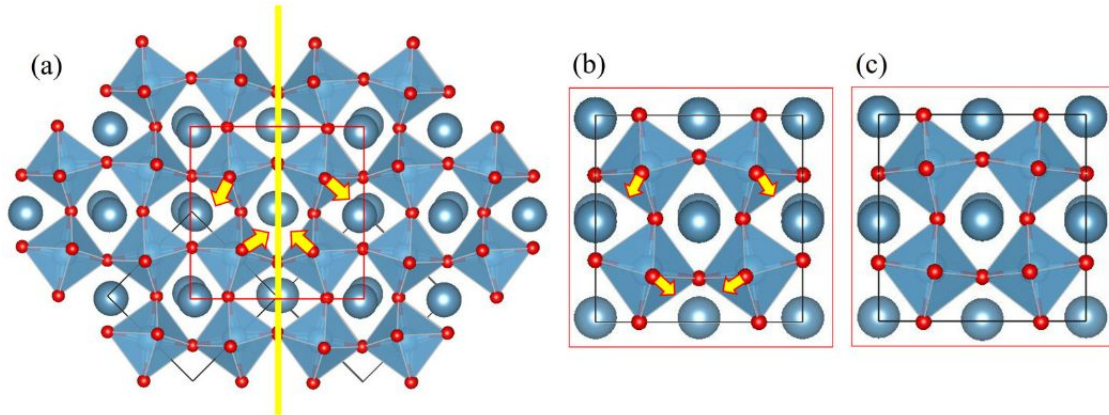


図 2 (a)得られた対称性をもとに作成した強誘電双晶境界の構造モデル。黄色の線が強誘電双晶境界の位置を表し、矢印は TiO₆ 八面体の回転方向を示している。(b) 動力学回折強度計算で仮定した単位胞、(c) 実験の CBED 図形と動力学回折強度計算のフィッティングにより精密化した構造モデル[Morikawa & Tsuda, *APL*, **118**, 092901 (2021)]。結晶構造描画は VESTA による[Momma & Izumi, *J. Appl. Cryst.*, **41**, 653 (2008)]。

4.6 STEM-CBED 法による NiTiO₃ における強軸性ドメインの可視化 [Hayashida et al., *Nat. Commun.* **11**, 4582 (2020)]

強軸性 (ferroaxial) 結晶は、結晶の原子配置の回転歪みで特徴づけられる新しい強制的秩序状態の一つとして注目されているが、そのドメイン構造の可視化はこれまで報告されていなかった。STEM-CBED 法を適用して強軸性ドメイン境界近傍を調べ、回転歪みに敏感な高次ラウエ帯反射の強度がドメイン間で敏感に変化することを利用して、強軸性ドメインの可視化に成功した。このドメインは電気旋光効果による光学測定結果と一致する。強軸性秩序の制御、さらにはメモリなど応用展開が期待される。

4.7 STEM-CBED 法による BaTiO₃ 強誘電正方晶相の菱面体晶ナノドメイン分布の観察とその電場応答 (論文投稿中)

BaTiO₃ の室温の強誘電正方晶相において、STEM-CBED 法でナノスケールの局所構造を調べると、局所構造は最低温相の菱面体晶相となっており、異なる分極方向を持つナノドメインが分布してリラクサー的な不均一構造をとっていることを本研究に先立って報告した。本研究では、電場印加二軸傾斜試料ホルダーを用いてナノドメインの電場応答を調べた。

電極を持つ透過電子顕微鏡用薄片試料は Focused Ion Beam (FIB)装置を用いて作製した。[001]方向に平行な方向で ±6 kV/cm の範囲で電場印加を行い、STEM-CBED データを取得した。正方晶相の[001]軸に沿う鏡映対称の破れを評価する symmetry breaking index S の空間分布マップを用いて、ナノドメインの空間分布を可視化することに成功した。

まず、ゼロ電場では領域全体で正方晶対称性が破れていたのに対し、電場印加により正方晶対称の領域が増加するのが観察された。この正方晶対称の領域は均一ではなく、菱面体晶対称性を持つ領域も存在していた。ふたたび電場をゼロにすると正方晶対称が破れた領域が再び増加した。これらは、ゼロ電場下では最低温相の菱面体晶ナノドメインが基底状態として存在していることを示している。また、ナノドメインは格子欠陥や表面乱れなどに起因する静的なものではなく、電場印加により動的にふるまうリラクサーのナノドメインに類似したものであると言える。

これらの振る舞いを記述する局所構造モデルとして、菱面体晶ナノドメインの異なるバリエーションが深さ方向に分布したモデルを作成し、上記で述べた scattering matrix 法による動力学回折強度計算を行って実験と比較した。

4.8 FIB 装置により作製した薄片試料の結晶性評価 [Morikawa et al., *Microsc.* in press (2021)]

FIB 装置による透過電子顕微鏡用薄片試料作製・試料加工は、近年ますます需要が増加し、より損傷の少ない薄片試料作製が可能となっている。また、上記のような電場印加実験等には不可欠な試料作製法である。しかしながら Ga ビームによる試料への影響および結晶性低下とその Ga ビーム加速電圧依存性については、これまで定量的な評価の報告は少ない。

異なる Ga ビーム加速電圧を用いて FIB 加工した複数の Si 試料に対して、CBED 法を適用して symmetry breaking index により対称性の破れを評価し、Ga ビームの十分低い加速電圧で仕上げ処理を行った試料では、従来の Ar イオンミリングにより作製した試料と同程度の良好な結晶性を有する試料が得られることを示した。さらに、STEM-CBED 法による損傷の空間分布の解析、および断面観察により結晶性低下層の特定に取り組んでいる。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計16件（うち査読付論文 15件／うち国際共著 0件／うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Fujishiro Fumito, Sasaoka Chinatsu, Shibata Yusuke, Tsuda Kenji, Hashimoto Takuya	4. 巻 102
2. 論文標題 Investigation of the arrangement of oxide ion vacancies and their effect on the crystal structure of BaFe _{0.9} In _{0.1} O ₃ ?	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Journal of the American Ceramic Society	6. 最初と最後の頁 4427 ~ 4430
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1111/jace.16470	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 Tsuda Kenji, Sagawa Ryusuke, Hashiguchi Hiroki, Kondo Yukihito	4. 巻 25
2. 論文標題 Local Structural Study of Ferroelectric Domain Boundaries Using STEM-CBED with a Fast Pixelated STEM Detector	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Microscopy and Microanalysis	6. 最初と最後の頁 1996 ~ 1997
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1017/S1431927619010717	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 -
1. 著者名 Labib Farid, Okuyama Daisuke, Fujita Nobuhisa, Yamada Tsunetomo, Ohhashi Satoshi, Morikawa Daisuke, Tsuda Kenji, Sato Taku J, Tsai An-Pang	4. 巻 32
2. 論文標題 Structural-transition-driven antiferromagnetic to spin-glass transition in Cd _{1-x} Mg _x Tb _{1/10} approximants	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Journal of Physics: Condensed Matter	6. 最初と最後の頁 485801 ~ 485801
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1088/1361-648X/aba921	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 Hayashida T., Uemura Y., Kimura K., Matsuoka S., Morikawa D., Hirose S., Tsuda K., Hasegawa T., Kimura T.	4. 巻 11
2. 論文標題 Visualization of ferroaxial domains in an order-disorder type ferroaxial crystal	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Nature Communications	6. 最初と最後の頁 4582-1-8
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1038/s41467-020-18408-6	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 Morikawa Daisuke, Tsuda Kenji	4. 巻 70
2. 論文標題 Evaluation of accuracy in the determination of crystal structure factors using large-angle convergent-beam electron diffraction patterns	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Microscopy	6. 最初と最後の頁 178 ~ 185
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1093/jmicro/dfaa041	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 Morikawa Daisuke, Ageishi Masaki, Sato Kaori, Tsuda Kenji, Terauchi Masami	4. 巻 -
2. 論文標題 Evaluation of TEM specimen quality prepared by focused ion beam using symmetry breaking index of convergent-beam electron diffraction	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Microscopy	6. 最初と最後の頁 -
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1093/jmicro/dfab002	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 Morikawa D., Tsuda K.	4. 巻 118
2. 論文標題 Local crystal symmetry and structure at CaTiO ₃ twin boundaries	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Applied Physics Letters	6. 最初と最後の頁 092901 ~ 092901
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1063/5.0043851	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 MORIKAWA Daisuke, TSUDA Kenji	4. 巻 63
2. 論文標題 Recent Development of Structure Analysis Using Convergent-Beam Electron Diffraction	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Nihon Kessho Gakkaishi	6. 最初と最後の頁 135 ~ 142
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.5940/jcrsj.63.135	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 Aryal B., Morikawa D., Tsuda K., Terauchi M.	4. 巻 77
2. 論文標題 Improvement of precision in refinements of structure factors using convergent-beam electron diffraction patterns taken at Bragg-excited conditions	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Acta Crystallographica Section A Foundations and Advances	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) 10.1107/S2053273321004137	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 Labib Farid, Okuyama Daisuke, Fujita Nobuhisa, Yamada Tsunetomo, Ohhashi Satoshi, Morikawa Daisuke, Tsuda Kenji, Sato Taku J, Tsai An-Pang	4. 巻 32
2. 論文標題 Structural-transition-driven antiferromagnetic to spin-glass transition in Cd-Mg-Tb 1/1 approximants	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Journal of Physics: Condensed Matter	6. 最初と最後の頁 485801 ~ 485801
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1088/1361-648X/aba921	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 Morikawa Daisuke, Tsuda Kenji	4. 巻 70
2. 論文標題 Evaluation of accuracy in the determination of crystal structure factors using large-angle convergent-beam electron diffraction patterns	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Microscopy	6. 最初と最後の頁 178 ~ 185
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1093/jmicro/dfaa041	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 Hayashida T., Uemura Y., Kimura K., Matsuoka S., Morikawa D., Hirose S., Tsuda K., Hasegawa T., Kimura T.	4. 巻 11
2. 論文標題 Visualization of ferroaxial domains in an order-disorder type ferroaxial crystal	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Nature Communications	6. 最初と最後の頁 4582-1 ~ 4582-8
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1038/s41467-020-18408-6	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 Morikawa Daisuke, Ageishi Masaki, Sato Kaori, Tsuda Kenji, Terauchi Masami	4. 巻 -
2. 論文標題 Evaluation of TEM specimen quality prepared by focused ion beam using symmetry breaking index of convergent-beam electron diffraction	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Microscopy	6. 最初と最後の頁 -
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1093/jmicro/dfab002	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 Morikawa D., Tsuda K.	4. 巻 118
2. 論文標題 Local crystal symmetry and structure at CaTiO ₃ twin boundaries	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Applied Physics Letters	6. 最初と最後の頁 092901 ~ 092901
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1063/5.0043851	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 Bikas Aryal, Daisuke Morikawa, Kenji Tsuda and Masami Terauchi	4. 巻 -
2. 論文標題 Improvement of precision in refinements of structure factors using CBED patterns taken at Bragg excited conditions	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Acta Crystallographica, section A	6. 最初と最後の頁 -
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	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 Bikas Aryal, Daisuke Morikawa, Kenji Tsuda, Shinya Tsukada, Yukikuni Akishige and Masami Terauchi	4. 巻 3
2. 論文標題 Electron diffraction study of crystal structures of (Sr _{1-x} Bax) ₂ Nb ₂ O ₇	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Physical Review Materials	6. 最初と最後の頁 044405-1, -6
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1103/PhysRevMaterials.3.044405	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 -

〔学会発表〕 計35件（うち招待講演 8件 / うち国際学会 8件）

1. 発表者名 津田健治, 森川大輔、符徳勝、伊藤満
2. 発表標題 STEM-CBED法によるPMNリラクサーの局所構造解析
3. 学会等名 日本顕微鏡学会 第76回学術講演会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 森川大輔、津田健治
2. 発表標題 CaTiO ₃ ドメイン境界での中心対称性の破れの観察
3. 学会等名 日本顕微鏡学会 第76回学術講演会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 上石正樹、森川大輔、佐藤香織、津田健治、寺内正己
2. 発表標題 収束電子回折法を用いた試料ダメージ層の定量評価 II
3. 学会等名 日本顕微鏡学会 第76回学術講演会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 津田健治, 森川大輔、符徳勝、伊藤満
2. 発表標題 STEM-CBED法によるPMNリラクサーの局所構造解析
3. 学会等名 第37回強誘電体会議
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 B. Aryal, D. Morikawa, K. Tsuda and M. Terauchi
2. 発表標題 Improvement in the precision of refinement of the crystal structure factors using convergent-beam electron diffraction
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 森川大輔, 津田健治
2. 発表標題 STEM-CBED法によるCaTiO ₃ の界面誘起分極構造の観察
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 津田健治、森川大輔、越川亜美、大関真之
2. 発表標題 LACBED図形の動力学シミュレーションへの機械学習の応用
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 S. Nusen, A. Wiengmoon, D. Morikawa, N. Azumi, T. Chairuangstri, K. Tsuda and M. Terauchi
2. 発表標題 A Study on Occupation Sites in M ₆ C Carbide in High Chromium Cast Iron Using Statistical Beam-Rocking TEM-EDS Analysis
3. 学会等名 6th Forum of Center for Advanced Materials Research and International Collaboration (CAMRIC-FORUM6) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 津田健治
2. 発表標題 収束電子回折による静電ポテンシャル分布解析への機械学習の応用
3. 学会等名 応用物理学会・薄膜表面科学分科会「情報データ科学に基づく結晶材料・界面・プロセス工学の新展開 -実験との連携運用術」
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Kenji Tsuda
2. 発表標題 Nanometer-scale local crystal structure analysis using convergent-beam electron diffraction
3. 学会等名 The 4th Symposium for The Core Research Cluster for Materials Science and the 3rd Symposium on International Joint Graduate Program in Materials Science (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 M.Terauchi, H.Jinnai, Y.K.Sato, D.Morikawa, K.Tsuda, and Z.Akase
2. 発表標題 Materials Analysis by using Electron Microscopes operated in IMRAM
3. 学会等名 2020 ONLINE JOINT SYMPOSIUM "Engineer a Better Tomorrow" TOHOKU UNIVERSITY and NATIONAL TAIPEI UNIVERSITY OF TECHNOLOGY (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 津田健治、森川大輔
2. 発表標題 収束電子回折法による試料深さ方向の構造解析の試み
3. 学会等名 日本物理学会 第76回年次大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 森川大輔、津田健治
2. 発表標題 収束電子回折法によるBaTiO ₃ ナノドメインの電場印可その場観察
3. 学会等名 日本物理学会 第76回年次大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 M. S. Islam, D. Morikawa, K. Tsuda, S. Yamada and M. Terauchi
2. 発表標題 Structure optimization of NdBaMn ₂ O ₆ by combination of CBED and DFT calculations
3. 学会等名 日本物理学会 第76回年次大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 B. Aryal, D. Morikawa, K. Tsuda and M. Terauchi
2. 発表標題 Improvement of accuracy and precision in refinement of crystal structure factors using zone-axis incidence and tilted CBED patterns
3. 学会等名 American Physical Society (APS) March Meeting 2021
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 津田健治
2. 発表標題 収束電子回折法による局所結晶構造解析
3. 学会等名 日本表面真空学会 マイクロビームアナリシス技術部会 マイクロビームアナリシス研修セミナー（招待講演）
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 安住成, 津田健治, 森川大輔, 寺内正己, 大塚真弘, 武藤俊介, 符徳勝, 伊藤満
2. 発表標題 ビームロッキングEDS法による(Ba,Ca)TiO ₃ のCaドーパント位置の解析
3. 学会等名 第38回強誘電体会議 (FMA38)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 安住成, 津田健治, 森川大輔, 寺内正己, 大塚真弘, 武藤俊介, 符徳勝, 伊藤満
2. 発表標題 ビームロッキングEDS法によるCaドーパBaTiO ₃ のCa位置の解析
3. 学会等名 日本顕微鏡学会第77回学術講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 森川 大輔, 津田 健治
2. 発表標題 STEM-CBED法によるBaTiO ₃ 分極ナノドメインの電場印可その場観察
3. 学会等名 日本顕微鏡学会第77回学術講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 上石正樹, 森川大輔, 佐藤香織, 津田健治, 寺内正己
2. 発表標題 収束電子回折法を用いた試料ダメージ層の定量評価 III
3. 学会等名 日本顕微鏡学会第77回学術講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Kenji Tsuda
2. 発表標題 Local crystal structure analysis using STEM-CBED method
3. 学会等名 The 36th International Conference of Microscopy Society of Thailand (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 津田健治, 佐川隆亮, 橋口裕樹, 近藤行人
2. 発表標題 ピクセル型高速STEM検出器を用いたSTEM-CBED法による強誘電ドメイン壁の局所構造解析
3. 学会等名 第36回強誘電体応用会議 (FMA36)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 津田健治, 佐川隆亮, 橋口裕樹, 近藤行人
2. 発表標題 ピクセル型STEM検出器を用いたSTEM-CBED法による強誘電体の局所構造解析
3. 学会等名 日本顕微鏡学会第75回学術講演会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 森川大輔, 津田 健治
2. 発表標題 大角度ロッキングCBED図形を用いた軌道整列状態の静電ポテンシャル分布解析
3. 学会等名 日本顕微鏡学会第75回学術講演会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 上石正樹, 森川大輔, 佐藤 香織, 津田 健治, 寺内正己
2. 発表標題 収束電子回折法を用いた試料ダメージ層の定量評価
3. 学会等名 日本顕微鏡学会第75回学術講演会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Kenji Tsuda, Ryusuke Sagawa, Hiroki Hashiguchi and Yukihiro Kondo
2. 発表標題 Local structural study of ferroelectric domain boundaries using STEM-CBED with a fast pixelated STEM detector
3. 学会等名 Microscopy and Microanalysis 2019, Portland, OR, USA (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 津田健治、佐川隆亮、橋口裕樹、近藤行人
2. 発表標題 ピクセル型高速STEM検出器を用いたSTEM-CBED法による局所構造解析
3. 学会等名 日本顕微鏡学会 第35回分析電子顕微鏡討論会 (招待講演)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 津田健治、佐川隆亮、橋口裕樹、近藤行人
2. 発表標題 ピクセル型高速STEM検出器を用いたSTEM-CBED法による強誘電ドメイン壁の局所構造解析 II
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 森川大輔, 津田 健治
2. 発表標題 大角度ロッキングCBED図形を用いた結晶構造因子決定精度の検証
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 森川大輔, 津田 健治
2. 発表標題 大角度ロッキングCBED図形を用いた軌道整列相の解析と精度評価
3. 学会等名 日本結晶学会令和元年度年会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 津田健治
2. 発表標題 STEM-CBED法によるペロブスカイト型強誘電体の局所構造解析
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「強誘電体関連物質の機能発現に関する構造科学の新展開」(招待講演)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Kenji Tsuda
2. 発表標題 STEM-CBED study on the temperature dependence of the local structures of tetragonal BaTiO ₃
3. 学会等名 2018 ISAF-FMA-AMF-AMEC-PFM Joint Conference at Hiroshima (IFAAP Hiroshima2018) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Kenji Tsuda
2. 発表標題 Nano-scale local structural study of ferroelectrics using STEM-CBED with a fast pixelated STEM detector
3. 学会等名 Workshop on STEM with Advanced Detectors (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Kenji Tsuda, Michiyoshi Tanaka, Ryusuke Sagawa, Hiroki Hashiguchi and Yukihiro Kondo
2. 発表標題 Nano-scale local structural study of BaTiO ₃ using STEM-CBED with a fast pixelated STEM detector
3. 学会等名 The 19th International Microscopy Congress 2018 (IMC19) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 津田健治, 佐川隆亮, 橋口裕樹, 近藤行人
2. 発表標題 ピクセル型高速STEM検出器を用いたSTEM-CBED法による強誘電ドメイン壁の局所構造解析
3. 学会等名 日本物理学会 2019年第74回年次大会
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

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
研究協力者	森川 大輔 (Morikawa Daisuke)	東北大学・多元物質科学研究所・助教 (11301)	

6. 研究組織（つづき）

	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
連携研究者	大関 真之 (Ohzeki Masayuki) (80447549)	東北大学・情報科学研究科・教授 (11301)	
連携研究者	寺内 正己 (Terauchi Masami) (30192652)	東北大学・多元物質科学研究所・教授 (11301)	
連携研究者	佐藤 庸平 (Sato Yohei) (70455856)	東北大学・多元物質科学研究所・准教授 (11301)	

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0件

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