

Co-Pt ナノ粒子における構造ゆらぎの時間分解超高圧電子顕微鏡観察

大阪大学超高圧電子顕微鏡センター 佐藤和久 保田英洋

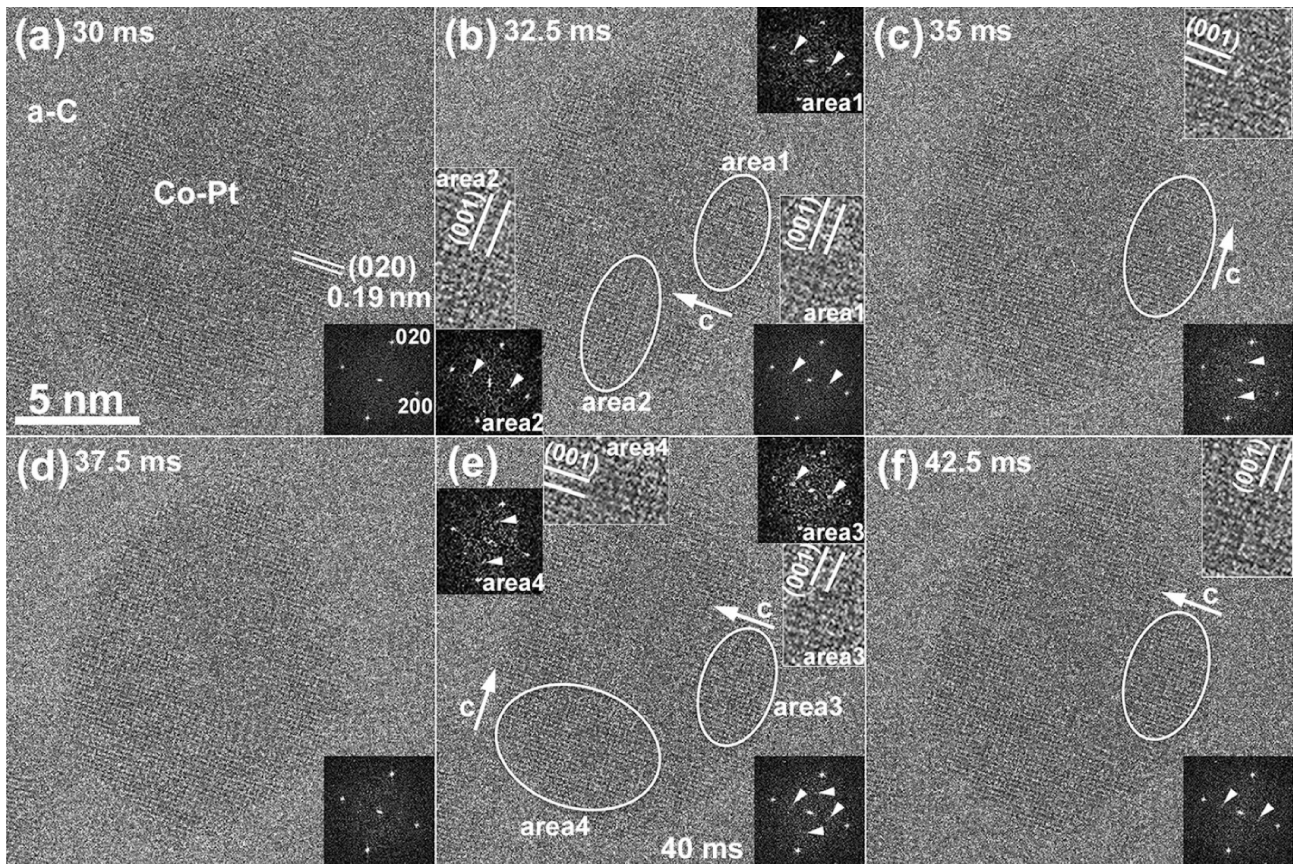


Fig. 1 フレームレート 400 fps で観察した規則化初期過程での格子像とフーリエ変換図形.

L1₀型 CoPt 規則合金ナノ粒子は室温で優れた硬磁気特性を示し、これまでその合成プロセスと微細組織制御について多くの研究がなされてきたが、規則化の動的過程を原子レベルで直接捉えた例は無い。本研究では、高エネルギー電子照射下での規則化の微視的過程を、電子直接検出型カメラを用いて高速その場観察した(毎秒400フレーム)。試料は RF マグネトロンスパッタ法により作製した、準安定不規則構造を有する Co-45 at%Pt 合金ナノ粒子である。超高圧電子顕微鏡内にて試料薄膜を 573 K に保持し、1 MeV 電子照射下で像観察を行った(ドーズレート: $8.9 \times 10^{24} \text{ e/m}^2\text{s}$)。観察中、ナノ粒子内に規則格子が形成され、c 軸の配向が 2.5 ms 間隔で時間変動していることが明らかとなった(Fig. 1)。動画を詳細に解析した結果、573 K での拡散係数は $3 \times 10^{-17} \text{ m}^2/\text{s}$ であると推測され、この値はバルク合金におけ

る外挿値よりも 10^{13} 倍大きいことが判明した。規則化が観察された温度(573 K)は、速度論的規則化温度(800 K)よりも著しく低い。このような低温での規則格子形成は、高エネルギー電子照射により導入された過剰空孔(熱平衡時の 10^6 倍)を介した高速原子拡散に起因すると考えられる(照射促進規則化)。電子直接検出型カメラを用いた時間分解観察は、規則化をはじめ固相反応の素過程を実空間で直接観察する手法として有用である⁽¹⁾⁽²⁾。

文 献

- (1) K. Sato and H. Yasuda: Appl. Phys. Lett., **110**(2017), 153101.
- (2) 佐藤和久, 保田英洋: 顕微鏡, **53**(2018), 80-84.
(2018年7月9日受理)[doi:10.2320/materia.57.609]

Structural Fluctuation in Co-Pt Nanoparticles Revealed by Time-resolved High-voltage Electron Microscopy; Kazuhisa Sato and Hidehiro Yasuda

Keywords: high-voltage electron microscopy, direct electron detection camera, time-resolved imaging, radiation-enhanced ordering
TEM specimen preparation: rf-magnetron sputtering
TEM utilized: JEOL JEM-1000EES (1 MV)