



Title	原子直視分析電子顕微鏡による照射欠陥ならびに粒界構造の高分解能観察
Author(s)	坪川, 純之
Citation	大阪大学, 1991, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/37878">https://hdl.handle.net/11094/37878</a>
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、<a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">大阪大学の博士論文について</a>をご参照ください。

*The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

氏 名	坪 川 純 之
博士の専攻分野 の 名 称	博 士 (工 学)
学 位 記 番 号	第 9932 号
学位授与年月日	平 成 3 年 10 月 28 日
学位授与の要件	学位規則第4条第2項該当
学 位 論 文 名	原子直視分析電子顕微鏡による照射欠陥ならびに粒界構造の高分解能観察
論文審査委員	(主査) 教 授 志水 隆一 (副査) 教 授 中島 信一 教 授 興地 斐男

### 論 文 内 容 の 要 旨

本論文では、高分解能電子顕微鏡法の材料物性への応用として、Si 単結晶における電子線照射欠陥の構造解析及び Nd-Fe-B 焼結磁石の粒界構造と保磁力との相関についての研究成果について述べた。各章で示した内容をまとめると以下のようになる。

第一章では、本研究で用いる高分解能電子顕微鏡法の基礎事項として電子顕微鏡用試料作製法、電子顕微鏡の構造、電子回折及び結像に関する理論を紹介するとともに半導体中の照射欠陥と希土類永久磁石に関する研究の現状について述べ、本論文の位置付けを試みた。

第二章では、高分解能電子顕微鏡法による Si 単結晶中の {113} 積層欠陥の構造解析について述べ、その積層欠陥の成長端での原子配列モデルを提案した。

第三章では、Nd-Fe-B 焼結磁石の電子顕微鏡用試料作製法および観察における問題点とその対策について述べた。さらに、従来 Nd-Fe-B 焼結磁石の粒界に存在するとされていた bcc 相について、高分解能電子顕微鏡で観察した結果より考察を試み、この bcc 相が電子顕微鏡用試料作製時に発生した一種の arti-fact であることを指摘した。

第四章では、Nd-Fe-B 焼結磁石の熱処理前後の粒界微細構造の変化を高分解能電子顕微鏡で観察し、逆磁区 (reverse domains) の核発生サイトのモデルを提案した。

第五章では、Nd-Fe-B 焼結磁石の表面へ Nd を蒸着し熱処理する過程において、磁化の履歴曲線の計測ならびに断面試料の高分解能電子顕微鏡観察から、磁石表面の保磁力と構造との対応について考察した結果を述べた。

第六章では、本研究を通じて得られた結果を総括し、併せて今後の課題と展望について述べた。

## 論文審査の結果の要旨

透過型電子顕微鏡は、広い分野で研究手段として用いられており、その性能も現在では物質の原子配列を観察出来るまでに到っている。しかし、実際の高分解能電子顕微鏡観察においては、試料作製法、観察手法、画像解析法など対象となる材料に最適の方式を見い出しながら研究を進めているのが現状である。本論文は、このような高分解能電子顕微鏡法による Si 単結晶における電子線照射欠陥の構造解析および Nd-Fe-B 焼結磁石の粒界微細構造と保磁力との相関についての研究をまとめたもので、主な成果は次の通りである。

- (1) Si 単結晶中の {113} 積層欠陥の成長端での原子配列モデルを提案し、そのモデルにもとづく計算像と高分解能電子顕微鏡像との良い一致が見られることから、このモデルの妥当性を示している。
- (2) Nd-Fe-B 焼結磁石の電子顕微鏡用試料作製法および観察における問題点を明確にし、その対策を提案している。この提案に基づく一連の研究から、従来 Nd-Fe-B 焼結磁石の粒界に存在するとされていたbcc 相が電子顕微鏡試料作製時に導入された artifact である可能性を指摘している。
- (3) Nd-Fe-B 焼結磁石の熱処理前後の粒界微細構造の変化を高分解能電子顕微鏡で観察し、逆磁区の核発生が粒界に存在する原子サイズの凹凸に起因するものであるとの提案を行っている。さらに、磁気余効の計測や理論計算より予想されている逆磁区発生の核のサイズとの比較より、このような提案が妥当なものであるとの結論を得ている。
- (4) Nd-Fe-B 焼結磁石の表面にNd を蒸着した後熱処理をすることにより保磁力が向上することに注目し、磁化の履歴曲線の計測ならびに蒸着界面の高分解能電子顕微鏡観察を行い、熱処理による還元作用とそれによってもたらされるより均一な界面の形成が、保磁力向上をもたらしていると推論している。

以上のように本論文は、高分解能電子顕微鏡法の材料科学への応用という立場から、半導体の照射欠陥と焼結磁石の粒界の構造について多くの新しい知見を与えており、応用物理学、特に、応用物性学、材料科学などの分野の発展に貢献するところが大きい。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。