



Title	超高圧電子顕微鏡用ガス環境その場観察法の開発と応用 [論文内容及び審査の要旨]
Author(s)	若杉, 剛伸
Degree Grantor	北海道大学
Degree Name	博士(工学)
Dissertation Number	甲第11882号
Issue Date	2015-03-25
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/58624
Rights(URL)	https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/2.1/jp/
Type	doctoral thesis
File Information	Takenobu_Wakasugi_abstract.pdf, 論文内容の要旨



学 位 論 文 内 容 の 要 旨

博士の専攻分野の名称 博士（工学） 氏名 若杉 剛伸

学 位 論 文 題 名

超高压電子顕微鏡用ガス環境その場観察法の開発と応用

(Development and Application of Environmental High Voltage Electron Microscopy)

クリーンかつ効率的なエネルギー資源活用を可能とする新エネルギーシステムの実現を目指して、エネルギー関連産業界を中心とした新規高機能性材料の開発が活発である。これらの実用化のためには実環境に対応した微細構造変化の直接観察が重要であり、環境制御型透過型電子顕微鏡 (ETEM) 法が注目されている。この ETEM の最近の進歩は、収差補正技術の発展や MEMS 多機能集積型ナノリアクターの開発などで顕著であり、触媒材料開発を中心に積極的な応用が試みられている。しかし、これまでの ETEM 観察は表面反応に限られ材料内部の反応の観察には至っていない。このため、内部の反応の直接観察を目的とした大気圧クラスの高圧ガス環境と高透過能を備えた観察システムの開発が切望されている。本論文では超高压電子顕微鏡用の Window 型高圧ガス環境セル (EHVEM) システムを開発し、材料と環境ガスとの反応の直接観察に応用した研究成果を纏めた。

第 1 章では、環境制御型透過型電子顕微鏡法の必要性和近年の材料研究への応用を論じた。バルク材料のガス反応による微細構造変化の直接観察には、EHVEM システムの開発が必要不可欠であることを述べ、本論文の目的を示した。

第 2 章では、EHVEM システムの開発経緯を示した。第 1 世代から第 3 世代までの製作・改良を経て、雰囲気制御観察 (水素・酸素・アルゴンおよび混合ガスの雰囲気、室温～350 の温度、真空～100 kPa の圧力) が可能なシステムを完成した。装置性能の評価として、厚さ 20 nm のパラジウム薄膜のガス雰囲気高分解能観察を行った結果、水素およびアルゴンガス雰囲気 (室温、100 kPa) での像分解能は、それぞれ 0.12 nm および 0.19 nm を達成しており、大気圧クラスのガス環境下での像分解能として世界最高水準であった。

第 3 章では、EHVEM システムを水素貯蔵材料 (パラジウム薄膜) の水素化その場観察に適用し、その結果を述べた。同一視野でのその場観察により、水素化に伴う結晶粒の粗大化を捉えることができた。特に、高分解能観察から結晶粒近傍での転位の形成挙動を捉えることに成功した。水素圧力の増大に伴い、転位は粒界近傍で形成し、その数は 10 から 40 kPa までの圧力が増大すると約 2 倍に増加した。

第 4 章では、EHVEM システムを新規原子力材料の SiC 繊維材の酸素雰囲気電子線照射観察に適用し、その結果を述べた。酸素ガス雰囲気では、電子線照射量の増加に伴い高次の電子線回折スポットが消失することから、酸素ガスの存在は SiC のアモルファス化を促進する効果が示唆された。一方で試料表面でのコンタミネーションも顕著なため、この非晶質化促進の機構の詳細な議論には、引き続き検討が必要である。

第 5 章は総括である。本研究では EHVEM システムを開発し、これを水素貯蔵材料と原子力材料に適用した結果、その有効性を実証できた。これにより、材料の微細組織変化に対する種々のガス環境の効果を検討することが可能となった。