

【技術資料】 In-situ 加熱 TEM によるセラミックスの高温挙動観察

概要

セラミックスは様々な元素を添加することによりその特性向上が図られています。今回は、焼結助剤の希土類元素であるランタンを添加したアルミナ-ムライトセラミックス焼結体について、加熱しながら構造変化をリアルタイムで高倍率観察できる In-situ 加熱 TEM 観察法により、1300°Cにおけるセラミックスの高温挙動を観察しました。

装置と分析手法

装置 : FE-TEM(日本電子製 JEM-F200) + 加熱 TEM ホルダ(DENSsolutions 製 Wildfire)
前処理 : 集束イオンビーム(FIB)による TEM 観察試料作製
測定内容 : In-situ 加熱 TEM 観察(その場加熱 TEM 観察) 加熱温度: 室温~1300°C

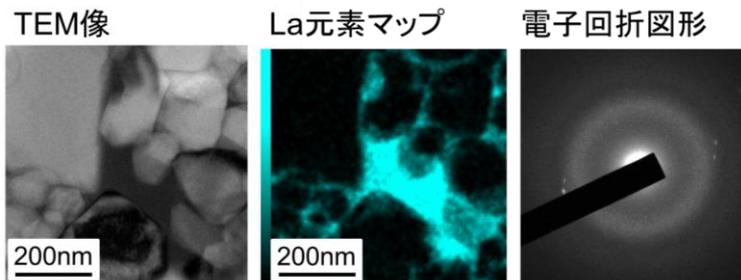
試料

La 添加アルミナ-ムライトセラミックス焼結体

結果

1) 加熱前

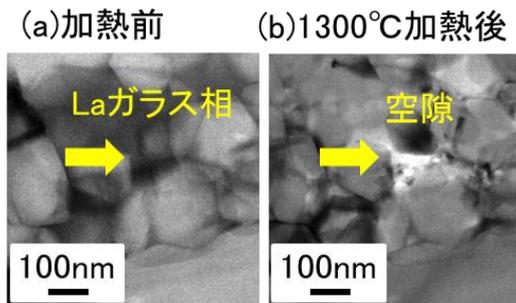
In-situ 加熱 TEM 観察を行う前に加熱前試料の観察を行いました。EDS 元素マップより添加した La はアルミナやムライトの粒子間に存在していることが分かりました。さらに La 領域の電子回折図形を取得し結晶性を解析したところ、ハローパターンが得られアモルファス(ガラス相)であることが分かりました。



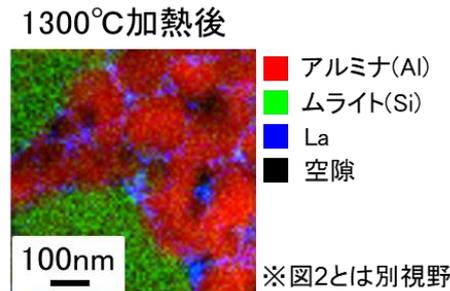
【図 1】 加熱前の TEM、EDS 元素マップ、電子回折図形観察結果

2) In-situ 加熱 TEM 観察(室温~1300°C)

この試料を室温から 1300°Cまで昇温し保持したまま In-situ 加熱 TEM 観察を行いました。その結果、粒子間に存在していた La ガラス相(図 2a 黄色矢印の暗く見える部分)が移動することで空隙が形成(図 2b、黄色矢印の明るく見える部分)された様子を観察できました。EDS 元素マップからも元素が検出されない領域(図 3 の黒い領域)が存在し、空隙の存在を確認できました。La ガラス相が液相となって移動しやすくなり、空隙が形成されたと考えられます。



【図 2】 In-situ 加熱 TEM 観察結果



【図 3】 1300°C加熱後の EDS 元素マップ

TEM 観察では薄片試料としているため、図 4 のように La ガラス相が移動し空隙へ変化したと推定されます。実際の焼結中でも液相となった La ガラス相の移動が容易なため焼結が進行しやすくなると推測されます。

このように La 添加アルミナ-ムライトセラミックスの焼結機構を In-situ 加熱 TEM 観察結果から推定することができました。



【図 4】 加熱前後の La ガラス相存在箇所の推定図

まとめ

希土類元素を添加したセラミックスの In-situ 加熱 TEM 観察を行い、1300°Cにおける添加元素の高温挙動を観察できました。In-situ 加熱 TEM 観察は、1300°Cまでの高温下におけるナノオーダー構造変化をリアルタイムで捉えられる有用な手法です。

参考文献

- 1) 中村和人、阿部真由美、東ソー研究・技術報告, 65, 59(2021)
- 2) 中村和人、FINE CERAMICS Report, 42, No.2 春号(2024)

適用分野：その場観察、形態観察、セラミックス、金属、その他無機製品

キーワード：アルミナ、ムライト、元素添加、希土類、焼結助剤