

 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report
課題番号 Project No. 2009B0015 実験課題名 Title of experiment Structural determination for materials design of Bi-based perovskite ferroelectric oxides 実験責任者名 Name of principal investigator Yuji Noguchi 所属 Affiliation RCAST, The University of Tokyo	装置責任者 Name of responsible person 神山 崇 装置名 Name of Instrument/(BL No.) SuperHRPD 実施日 Date of Experiment 2010.1.30-31

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.
ペロブスカイト型強誘電体 $x(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{TiO}_3-(1-x)\text{BiFeO}_3$ X=0.36, 0.43, 0.46

2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。)
Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.
<p>【緒言】 近年、環境問題の観点から鉛系材料に代わる非鉛強誘電体材料の開発が求められている。鉄酸ビスマス BiFeO_3 (BFO)は非常に大きな自発分極と、高いキュリー温度を持つことから、近年、注目を集めているが、抗電界が大きく、分極反転が困難であることが課題となっている。この課題を克服し、鉛系を代替する非鉛系強誘電体の開発を目指して、我々のグループは BFO にチタン酸ビスマスカリウム $(\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5})\text{TiO}_3$ (BKT)を固溶した、$x\text{BKT}-(1-x)\text{BFO}$ 固溶体セラミックスに着目し、ナノ粒子から作製した $0.40\text{BKT}-0.60\text{BFO}$ 組成を持つセラミックスが、優れた強誘電性を示すことまた、この組成近傍に菱面体晶から擬立方晶へのモルフォトロピック相境界が存在することを明らかにしている。本研究では、$\text{BKT}-\text{BFO}$ セラミックスの物性と、結晶構造の関係性を明らかにすることを目的としている。</p> <p>【実験】 瞬間気相冷却法(Flash Creation Method: FCM)によって作製した $\text{BKT}-\text{BFO}$ ナノパウダーを用いて、最適化された、セラミックス作製条件の下、種々の組成を持つ $\text{BKT}-\text{BFO}$ セラミックスを作製し、それらの強誘電、圧電特性評価を行った。さらに、X線回折法、電子線回折法、透過型電子顕微鏡観察、J-PARCにおける中性子回折実験により結晶構造解析を行い、物性と結晶構造の関係性を調査した。</p>

2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

Fig.1には、 $x=0.40$ におけるナノパウダーから作製したセラミックスと従来の固相法によって作製したセラミックスとの電界誘起歪み特性を示す。ナノパウダーからセラミックスを作製することにより、大きく電界誘起歪み特性が向上し、 $S_{max}/E_{max} = 190 \text{ pm/V}$ と良好な値を示した。Fig.2には、優れた特性を示す $x = 0.40$ における電子線回折パターンを示す。立方晶の基本格子反射スポットに加え、菱面体晶特有の $1/2 \ 1/2 \ 1/2$ 超格子反射が確認された。Fig.3は、この超格子反射を用いて得られた暗視野像である。この暗視野像から、 $x = 0.40$ 組成においては大きなドメイン構造は形成されておらず、菱面体晶歪みを有するナノサイズのドメインが粒内に分散して形成されていることが示唆された。このナノドメインは、強誘電体のMPB組成に特徴的なドメイン構造であり、他の系においても報告がなされている。Fig.4には、 $x = 0.30, 0.36, 0.40, 0.43, 0.46$ における中性子回折パターンを示した。 $x = 0.30, 0.36$ においては菱面体晶構造に由来する $006h$ と $113h$ の明瞭なピークが現れた。 $x = 0.40, 0.43, 0.46$ においては、 $006h$ のピークが消失したが、菱面体晶構造に起因する弱い $113h$ ピークが確認された。これらの中性子回折の結果は、 $x = 0.40$ 組成において菱面体晶歪みを持つナノドメインの存在を支持する結果である。

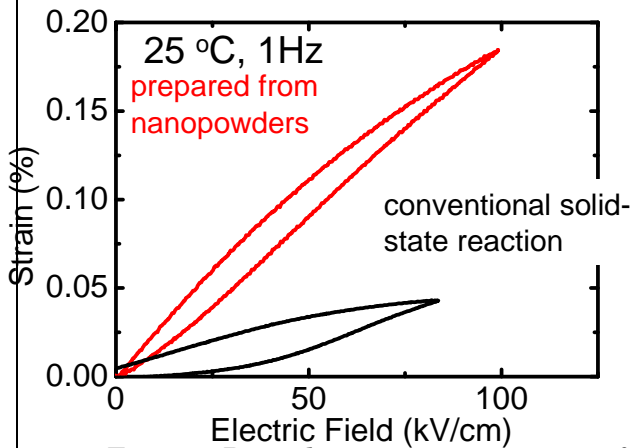


Fig.1. Piezoelectric properties of 0.40BKT-0.60BFO ceramics fabricated by conventional method and prepared from nanopowders

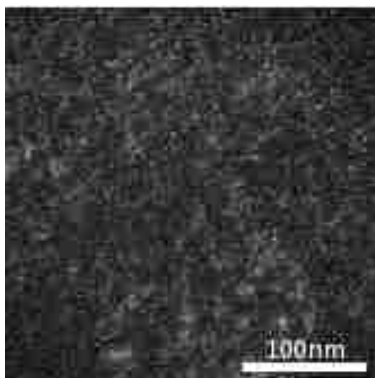


Fig.3 Dark-Field TEM image of 0.40BKT-0.60BFO taken by using $1/2 \ 1/2 \ 1/2$ superlattice reflection

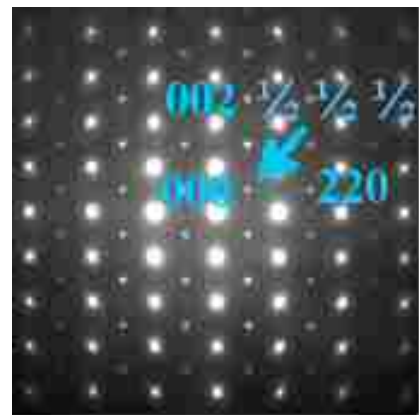


Fig.2 Electron diffraction patterns of 0.40BKT-0.60BFO [1-10] incident

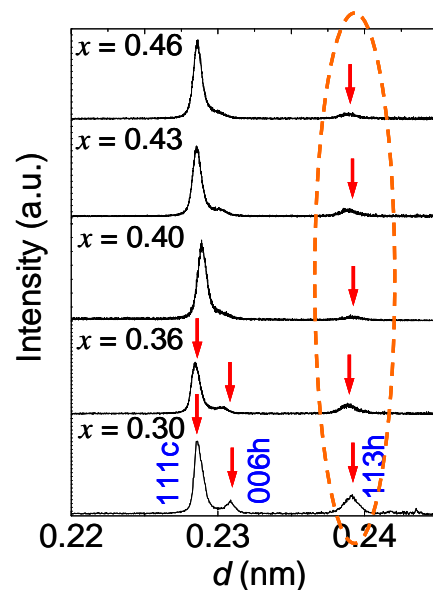


Fig. Neutron powder diffraction patterns of $x\text{BKT}-(1-x)\text{BFO}$ around 111cubic peaks