特集「顕微鏡法による材料開発のための微細構造研究最前線(10)」 一顕微鏡イメージング技術の進展と材料科学の新展開—(3)その場観察

カーボンナノチューブヒーター上でのシリコンナノ粒子の構造変化

名古屋大学大学院工学研究科 安坂 幸師 齋藤弥八 名古屋大学大学院生(現:TDK株式会社) 寺田朋広



Fig. 1 多層カーボンナノチューブ(MWNT)への通電による,Siナノ粒子とMWNTの反応を示す高分解能電子顕 微鏡像.

透過電子顕微鏡内で多層カーボンナノチューブ (MWNT)を極微小ヒーターとして用い,加熱した MWNT ヒーター表面でのシリコン(Si)ナノ粒子の構 造変化をその場観察した.

Fig.1に MWNT への通電による Si ナノ粒子と MWNT の反応過程をその場観察したときの電子顕微 鏡像の時系列を示す. MWNT へ通電する前, 直径約 12 nmのSiナノ粒子には、Si(111)面に対応する 0.31 nm 間隔の格子縞が観察される(Fig. 1(a)). MWNTの両端に電圧 1.91 V を印加し、電流が 73.0 µA 流れると、Si ナノ粒子の直径が減少して外形が変 化しはじめるとともに(Fig. 1(b)-1(c)), Siナノ粒子 と接触している MWNT の最外層が消失した(Fig. 1 (c)において矢印が示す範囲). 電圧を増加させ, 電流 が 74.4 µA に達すると, MWNT の最外層から二層目 の外層が消失し(Fig.1(d)において矢印が示す範 囲),最終的に三層目までの外層が消失した(Fig.1 (e)および1(f)において矢印が示す範囲). Fig.1(f) でのナノ粒子の結晶構造を調べた結果、ナノ粒子は 3C-SiC であることがわかった.この観察結果は, MWNT の外層の消失が昇華だけではなく, Si ナノ粒 子との反応によることを示している.

さらに, MWNT への通電を続けると, SiC ナノ粒 子から Si が昇華し, SiC ナノ粒子の表面に炭素原子 層が形成された(Fig. 2). 最終的に,炭素原子層に内 包された SiC ナノ粒子は約 1900 K までの昇温過程で 完全に消失し, MWNT 表面には中空球殻構造のカー



Fig. 2 MWNT への通電による SiC ナノ粒子の構造変 化を示す高分解能電子顕微鏡像.

ボンナノカプセルが形成されることが明らかになっ $t^{(1)}$.

文

献

(1) K. Asaka, T. Terada and Y. Saito: Diam. Relat. Mater., 50 (2014), 49–54.
(2016年7月22日受理)[doi:10.2320/materia.55.587]

Structural Changes in Silicon Nanoparticles on a Carbon Nanotube Heater; Koji Asaka, Tomohiro Terada and Yahachi Saito (Department of Quantum Engineering, Graduate School of Engineering, Nagoya University, Nagoya)

Keywords; in-situ transmission electron microscopy, silicon, multiwall carbon nanotube, carbon nanocapsule

TEM specimen preparation: Arc discharge method, Electrophoresis TEM utilized: JEM-2010 (120 kV)