

# アモルファス Sb ナノ粒子結晶化の マイクロ秒時間分解超高压電顕その場観察

大阪大学超高压電子顕微鏡センター 保田 英洋

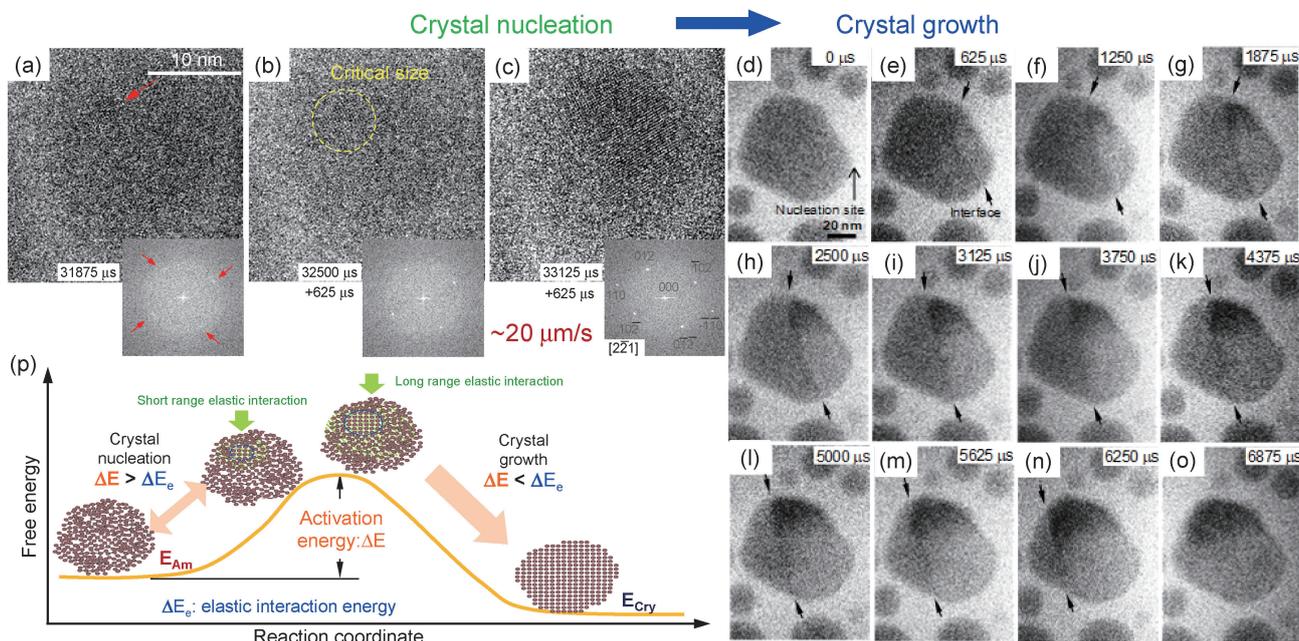


Fig. 1 アモルファス Sb ナノ粒子の結晶化を示す HREM 像とその FFT パターン(a)~(c) においては、臨界核サイズが 6.3 nm より大きくなると結晶化が粒子全体に進行することを示している。明視野像(d)~(o) においては、625 μs 間隔で結晶/アモルファス界面が、矢印のように右から左に向かって移動していることを示している。結晶化機構の模式図(p) においては、結晶化の活性化エネルギーを結晶核の長距離弾性相互作用による自己エネルギー上昇によって超えることが駆動力であることを示している。(オンラインカラー)

アモルファス Sb ナノ粒子の結晶化プロセス、およびその機構について、マイクロ秒時間分解能、およびピコメートル空間分解能の超高压電顕によってその場観察した結果について紹介する。大阪大学において開発した超高压電顕は、加速電圧 1 MV、試料温度 94 K において空間分解能 0.16 nm であり、1 フレームあたり 625 μs の時間分解能で像記録することが可能である。本研究は当該装置によって実施された。

アモルファスカーボン基板にアモルファス Sb ナノ粒子を蒸着法で作製し、結晶化のトリガーとして電子照射を行い、プロセスをその場観察した。約 20 nm サイズのアモルファスナノ粒子の結晶化の初期段階では、Fig. 1(a)~(c) のように表面上の小さな結晶核が形成と消滅を繰り返す。核のサイズが臨界サイズ 6.3 nm より大きくなると、結晶はナノ粒子全体わたり急速に成長する。Fig. 1(d)~(o) の明視野像

に示すように、アモルファス/結晶界面は表面結晶核を起点として移動し、結晶成長速度は約  $20 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$  である。成長速度はサイズに依存し、サイズが小さいほど成長速度が速くなることを確認された。

Fig. 1(p) に示すように、アモルファス Sb ナノ粒子表面の小さな結晶核形成によってアモルファス母相中に生じる長距離弾性相互作用を駆動力とした結晶化が誘起され、短距離の原子の再配列によって結晶化が進行することが明かにされた<sup>(1)(2)</sup>。

## 文 献

- (1) H. Yasuda: *Crystal Growth & Design*, **18**(2018), 3302-3306, DOI:10.1021/acs.cgd.7b01626
- (2) 保田英洋: *顕微鏡*, **52**(2017), 108-111.  
(2018年7月13日受理) [doi:10.2320/materia.57.608]

Microsecond Temporal Resolution *In Situ* Ultra-high Voltage Electron Microscopy Observation of Crystallization in Amorphous Antimony Nanoparticles; Hidehiro Yasuda

Keywords: *fast in situ ultra-high voltage electron microscopy, amorphous nanoparticle, crystallization*

Specimen preparation: vacuum deposition in a TEM specimen chamber

TEM: ultra-high voltage electron microscope JEM-1000EES (1 MV)