

ナノワイヤ結晶成長のその場TEM観察

In-situ TEM observation of nanowire crystal growth

ユーザー氏名: Rebecca Boston (University of Bristol)

実施機関担当者: 根本善弘 (物質・材料研究機構)

▶ Key words

in-situ observation, crystal growth, microcrucible

BUILDING GLOBAL
ENGAGEMENTS
IN RESEARCH

概要 / Overview

微細坩堝法という結晶成長法による Y_2BaCuO_5 (Y211)のナノワイヤの結晶成長をTEMの中で行い、結晶成長の様子をTEMでその場観察を行った。微細坩堝法とは原料の塊を加熱することで Y_2BaCuO_5 などの酸化物ナノワイヤを原料表面に成長させる結晶育成法である。この結晶育成の際に原料の一部が結晶成長を促進する触媒的な役割を果たし、ポーラスな原料の塊の表面の凹凸が坩堝の役割を果たすことからこのような名称で呼ばれている。本研究に使用したTEMはJEOL社製のJEM-ARM200FとJEM-2100F、試料加熱ホルダーはProtochips社製のAduroである。

We did Y_2BaCuO_5 (Y211) nanowire crystal growth in TEM and in-situ TEM observation. The crystal was grown by Microcrucible method. This method is that an oxide nanowire crystal grows on the surface of ingredient by heating the ingredient. A part of ingredient work as catalyst and concave structure of surface of solid phase ingredient work as crucible during the crystal growth. Microcrucible method is named from these functions.

TEM: JEM-ARM200F and JEM-2100F (JEOL Ltd.) Heating sample holder: Aduro (Protochips Ltd.)



Dr. Rebecca Boston

結晶成長の鍵=界面構造の分析

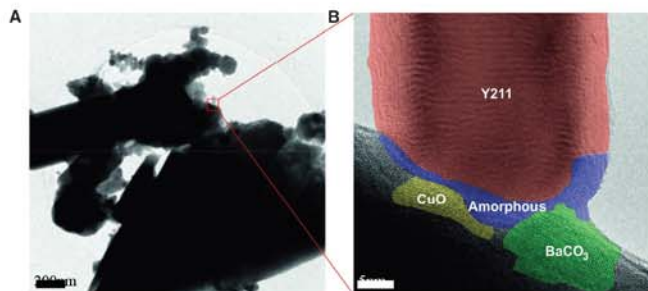
Interface structure = key of crystal growth

EDX元素分析

EDX elemental analysis

- 高温で結晶成長を行うが、高温ではEDXが使用できないので、結晶成長後に急冷して、成長したナノワイヤと原料の界面を調べた。図Aは試料の全体像で、図BはEDX分析により判明した界面構造である。ナノワイヤと原料の界面には青色で示したアモルファス相が存在するが、結晶成長温度では固相の原料が坩堝の壁のように働き、その中に結晶の元となるアモルファス相がある。EDX分析の結果、アモルファス相にはY211相の結晶成長に必要なY、Ba、Cu、Oの全ての元素が含まれていることが分かった。アモルファス相は主に低融点の $BaCO_3$ が溶融相を作り、そこにYとCuが溶け込んで形成されたと思われる。結晶成長を促す種結晶の役割を果たすと思われるナノ粒子も含まれていた。

- Figure A is a Image of an in situ heating experiment, rapidly cooled during the initial stages of nanowire growth. Figure B is a Image of the region highlighted by the red square in Figure A, with the composition of different phases identified using the lattice fringes observed. In Figure B, the blue region is amorphous and contains a mixture of yttrium, copper, and barium, as determined by EDX. Seed crystals which assist crystal growth of nanowire were also found in the amorphous region.



図A、B: 結晶成長の直後に急冷した Y_2BaCuO_5 ナノワイヤと原料の全体像(A)と界面構造(B)。

Figure A, B: TEM images of a Y211 nanowire quenched during growth.

結晶成長のダイナミクスを観察

Dynamics of crystal growth

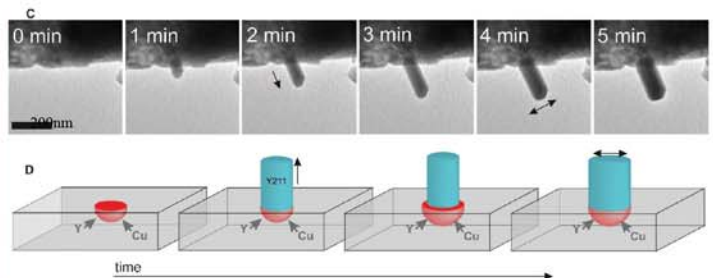
TEMモード動画撮影

Moving Image Photographing

本研究成果はScienceに掲載された。

"In-situ TEM Observation of a Microcrucible Mechanism of Nanowire Growth"
Science 344, 623 (2014)

- TEMモードでナノワイヤの結晶成長過程の動画撮影を行った。図Cに結果を示す。図Dは図Cの写真の時刻に対応した成長メカニズムを示すイラストである。ナノワイヤ結晶はまず長手方向に成長して(0~3分)、次に横方向に成長している様子が見られる(4~5分)。このような結晶成長となる理由は、まず原料の表面にある大きさのアモルファス領域ができて、その太さのままナノワイヤが長手方向にのみ成長する。その後、アモルファス領域が拡大して、ナノワイヤの側面に元素が供給されるようになるために、ナノワイヤが太くなるように成長したと考えられる。
- TEM video images and mechanism illustration of nanowire crystal growth is shown in Figure C and D. Time scale of Figure C and D is same. The nanowire grew and became long at the first step. (0~3min) The nanowire grew and became wide at second step. (4~5min) The reason why crystal growth direction changed is because the amorphous region became larger and elements were supplied to the side surface of nanowire at second step.



図C、D: Y_2BaCuO_5 ナノワイヤの結晶成長過程と成長メカニズム

Figure C, D: Images showing mechanisms of nanowire expansion due to creep in the microcrucible system.

▶ Contact

氏名: 根本 善弘 (物質・材料研究機構 電子顕微鏡ステーション)

NanotechJapan
Nanotechnology Platform