

カーボンナノチューブとモリブデンのレーザ加熱その場電子顕微鏡観察

Laser-heating *in situ* transmission electron microscopy of carbon nanotubes and molybdenum

筑波大院数理¹, [○]江越 友哉¹, 上村 尚暉¹, 木塚 徳志¹

Univ. Tsukuba¹, [○]Tomoya Egoshi¹, Naoki Uemura¹, Tokushi Kizuka¹

E-mail: kizlab@ims.tsukuba.ac.jp

カーボンナノチューブは、長さ、太さ、アスペクト比、内径、構成層数などの本体形状の制御の他、様々な装飾がなされている。その代表的な例が、金属粒子や炭化物粒子の内包である[1]。内包粒子がナノチューブ合成時に導入されるときに、その組成、粒径、総量などが調節されている[2]。こうした粒子内包後においても、粒子の形状や位置を制御できれば、この材料の応用範囲は広がり、それぞれの用途に最も適した状態になりうる[3]。これまでに、こうした内包粒子の操作が試みられている[3]。特に、内包粒子は温度勾配にしたがって移動するため、加熱処理による粒子の位置調整が可能である[4]。本研究では、これまでに本研究室で開発された超高温レーザ加熱その場透過電子顕微鏡 (TEM) を用いて、ナノチューブとモリブデン (Mo) を加熱し、そのときの構造変化をその場で観察した。

多層ナノチューブをエタノール中で超音波分散させた。この混合分散液を、Mo 多孔支持板を使用したマイクログリッド膜上に滴下した後、エタノールを蒸発させた。これを超高温レーザ加熱用の熱遮蔽試料ホルダーに取り付け、TEM に挿入した。TEM に取り付けられたレーザ照射光学系のゴニオメーターを調整し、試料の TEM 観察領域にレーザを照射した。レーザの波長は 1064 nm、照射径は 50 μm であった。レーザ照射したときの構造変化をその場で観察し、電子顕微鏡像をビデオに記録した。観察時の TEM の電子線加速電圧は 200 kV、試料室の圧力は 10^{-5} Pa であった。

レーザ照射の強度を上げていくと、支持板の Mo が蒸発した。これによりレーザ加熱温度が、Mo の融点 (2895 K[5]) 以上に上がったことが示された。この後、ナノチューブの表面に粒径 9 nm 程度の粒子が形成された。このナノ粒子は炭化モリブデン (Mo_2C) 粒子と同定された。これにより、ナノチューブの表面に付着した Mo が炭素と高温反応したことが示された。この Mo_2C ナノ粒子にレーザを照射すると、移動、固溶、析出、内包化など、様々な動的過程が観察された。すなわち、本手法によって、ナノチューブと Mo の超高温反応に関わる微細構造ダイナミックスが明らかにされた。

[1] P.M. Ajayan and S. Iijima, Nature, 361 (1993) 333.

[2] F. Banhart, N. Grobert, M. Terrones, J. Charier, and P.M. Ajayan, Int. J. Mod. Phys. B, 15 (2001) 4037.

[3] L. Dong, X. Tao, L. Zhang, X. Zhang, and B.J. Nelson, Nano Lett., 7 (2007) 58.

[4] J. Zhao, J. Huang, F. Wei, and J. Zhu, Nano Lett., 10 (2010) 4309.

[5] A.G. Worthing, Phys. Rev., 25 (1925) 846.